

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
23. August 2001 (23.08.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/61071 A2

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C23C 16/448,
16/46, 16/52

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/01698

(22) Internationales Anmeldedatum:
15. Februar 2001 (15.02.2001)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
100 07 059.0 16. Februar 2000 (16.02.2000) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): AIXTRON AG [DE/DE]; Kackertstrasse 15-17,
52072 Aachen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): JÜRGENSEN, Holger
[DE/DE]; Rathausstrasse 43d, 52072 Aachen (DE). KÄP-
PELER, Johannes [DE/DE]; Zeisigweg 47, 52146 Würse-
len (DE). STRAUCH, Gert [DE/DE]; Schönauer Friede
80, 52072 Aachen (DE). SCHMITZ, Dietmar [DE/DE];
Lonweg 41, 52072 Aachen (DE).

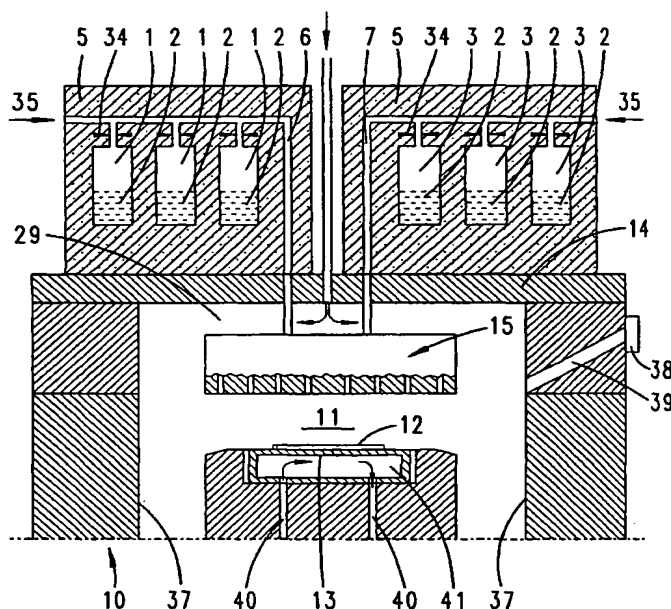
(74) Anwälte: GRUNDMANN, Dirk usw.; Rieder & Partner,
Corneliusstrasse 45, 42329 Wuppertal (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU,
CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,
MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL,
TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: CONDENSATION COATING METHOD

(54) Bezeichnung: KONDENSATIONSBESCHICHTUNGSVERFAHREN



(57) Abstract: A method and device for the production of coated substrates, such as OLEDs is disclosed, whereby at least one layer is deposited on the at least one substrate, by means of a condensation method and a solid and/or fluid precursor and, in particular, at least one sublimable source is used for at least one part of the reaction gases. The invention is characterised in that, by means of a temperature control of the reaction gases between precursor source(s) and substrate, a condensation of the reaction gases before the substrate(s) is avoided.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 01/61071 A2



(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

— ohne internationalen Recherchenbericht und erneut zu veröffentlichen nach Erhalt des Berichts

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes, und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) **Zusammenfassung:** Beschrieben wird ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von beschichteten Substraten, wie bspw. von "OLED's", bei dem wenigstens eine Schicht mittels eines Kondensationsverfahrens auf das wenigstens eine Substrat aufgebracht wird, und bei dem für wenigstens einen Teil der Reaktionsgase feste und/oder flüssige Vorläufer und insbesondere wenigstens eine Sublimationsquelle verwendet werden. Die Erfindung zeichnet sich durch eine Temperatursteuerung der Reaktionsgase zwischen Vorläufer-Quelle(n) und Substrat aus, durch die eine Kondensation der Reaktionsgase vor dem oder den Substraten vermieden wird.

00001 Kondensationsbeschichtungsverfahren

00002

00003 Technisches Gebiet

00004

00005 Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren und eine

00006 Vorrichtung zur Herstellung von Schichtsystemen, wie

00007 z.B. für Dünnschichtbauelemente wie OLED's oder ähnliche

00008 Schichtstrukturen mittels Kondensationsbeschichtung.

00009 Diese Schichtsysteme bestehen insbesondere aus organi-

00010 schen Materialien, wie z.B. "small molecules" (z.B.

00011 Alq₃) oder Polymeren (z.B. PPV).

00012

00013 Stand der Technik

00014

00015 Kondensationsbeschichtungsverfahren zur Herstellung von

00016 Bauelementen insbesondere aus organischen Materialien

00017 sind bekannt. Bei diesem Verfahren werden die Bestand-

00018 teile der herzustellenden Schicht mittels gasförmigen

00019 und/oder organischen Verbindungen (Salze) in die Be-

00020 schichtungskammern (im Folgenden als Reaktionskammer

00021 bezeichnet) transportiert.

00022

00023 Die Beschichtung des Substrates (meist Glas, Folie oder

00024 Kunststoffe) erfolgt auf der Basis des Kondensationspro-

00025 zesses, wobei die Substrate auf einer Temperatur gehal-

00026 ten werden, die niedriger ist, als die Temperatur der

00027 sich in der Gasphase befindlichen Moleküle.

00028

00029 VPD-Verfahren (Vapor Phase Deposition) werden zur Ab-

00030 scheidung unterschiedlicher Materialien aus der Gaspha-

00031 se verwendet. Auch im Bereich der Abscheidung von orga-

00032 nischen Schichten hat sich dieses Verfahren durchge-

00033 setzt. Das VPD-Verfahren wird mit unterschiedlichen

00034 Reaktorkonzepten kontrolliert, z.B.:

00035

BESTÄTIGUNGSKOPIE

00036 Horizontale Rohrreaktoren, in denen die Gasströmung
00037 horizontal und parallel zur Beschichtungsoberfläche
00038 verläuft, (den klassischen VPE Reaktoren entlehnt). Zur
00039 Vermeidung von Effizienz reduzierender Wandkondensation
00040 werden die Reaktoren als Heißwandsystem ausgelegt.

00041

00042 Dieses Verfahren bzw. diese bekannte Vorrichtung wird
00043 zur Beschichtung von meist flachen und nicht variablen
00044 Substratgeometrien eingesetzt.

00045

00046 Die Nachteile liegen in

00047 a) der verfahrenstechnischen und geometrischen Verkop-
00048 pelung der Prekursor-Sublimation und deren Einlei-
00049 tung,

00050 b) der Verwendung von Reaktorgeometrien mit großer
00051 Systemoberfläche im Verhältnis zur Beschichtungs-
00052 oberfläche, d.h. hydrodynamisch geht eine große
00053 Menge von Prekursoren der Beschichtung auf dem
00054 Substrat verloren

00055 c) aus b) folgend teurerer Heißwandtechnik.

00056

00057 In Aufdampfanlagen, deren Verfahrensprinzip der Konden-
00058 sation entspricht, sind die Quellmaterialien im System
00059 integriert, d.h. der Quellenstrom ist zeitlich nicht
00060 kontrollierbar. Er kann nicht schlagartig an- oder
00061 abgeschaltet werden. Die zeitliche Kontrolle geschieht
00062 hier über die Steuerung der Verdampfungsenergie (E-Beam
00063 oder Widerstandsheizung). Ferner sind die Systeme nicht
00064 als Heißwandsysteme ausgebildet, so dass ein wesentli-
00065 cher Anteil der Materialien an den Systemwänden und
00066 Komponenten Effizienz mindernd kondensiert.

00067

00068 Die Nachteile dieser Technik liegen auch in der schlech-
00069 ten Kontrollierbarkeit von Stöchiometrie oder von schar-
00070 fen Übergängen für Mehrschichtanforderungen.

00071 Im CVD System sind die Quellen individuell zeitlich und
00072 in der Menge präzise kontrollierbar, jedoch ist der
00073 Transport aus einer Quelle nicht das Prinzip der Subli-
00074 mation, sondern das der Verdampfung. In diesen CVD-Sys-
00075 temen ist das Beschichtungsverfahren nicht Kondensati-
00076 on, sondern kinetisch oder diffusionslimitiertes Wachs-
00077 tum (chemische Reaktion). Diese Verfahren und Vorrich-
00078 tungen werden zur Beschichtung von meist flachen und
00079 nicht variablen Substratgeometrien eingesetzt.

00080

00081 Alternative Verfahren sind Spin on oder OMBD.

00082

00083 Die oben beschriebenen Verfahren und Vorrichtungen
00084 erfüllen in einer oder mehreren Eigenschaften nicht die
00085 Anforderung zur Herstellung der beispielhaft aufgeführ-
00086 ten Schichtsysteme im Hinblick auf präzise Kontrolle
00087 der Stöchiometrie und Mehrschichtanforderung sowie der
00088 Wirtschaftlichkeit.

00089

00090 Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das gattungs-
00091 gemäße Verfahren dahingehend zu verbessern, dass die
00092 Parameter individualisierter vorgebar sind, dass die
00093 Effizienz erhöht ist, und die Qualität der auf dem Sub-
00094 strat kondensierten Schichten zu erhöhen.

00095

00096 Gelöst wird die Aufgabe durch die in den Ansprüchen
00097 angegebene Erfindung. Die Unteransprüche stellen vor-
00098 teilhafte Weiterbildungen der Erfindung dar.

00099

00100 Die Verwendung einer Kombination von spezieller Prekur-
00101 sorsublimation, Verdampfung, Gaseinlassgeometrie und
00102 Reaktorgeometrie für das Beschichtungsverfahren verbes-
00103 sert die Kontrolle und Wirtschaftlichkeit des Verfah-
00104 rens zur Kondensationsbeschichtung ausgehend von festen
00105 Prekursoren. Dabei werden die Prekursoren individuell

00106 und außerhalb der Reaktionskammer sublimiert bzw. ver-
00107 dampft. Diese Ausgangsstoffe können auf dem Substrat
00108 selektiv kondensieren. Mittels einer dem Substrat zuge-
00109 ordneten Maske kann eine Strukturierung erfolgen. Die
00110 Maske kann auf dem Substrat befestigt werden.

00111

00112 Allen Reaktorkonzepten gemein ist, dass die Art der
00113 Prekursor-Sublimation nach deren Gaseinspeisung in das
00114 Reaktionsgefäß dabei maßgeblich die Gasphasenchemie der
00115 Elementsubstanzen als auch deren Transportverhalten
00116 bestimmt und damit die Eigenschaften der abgeschiedenen
00117 Schichten, d.h. die Art der Gaseinspeisung dominiert
00118 die Verfahrenskontrolle.

00119

00120 Diese Eigenschaften sind z.B. (d.h. frei von Fremdato-
00121 men/Stoffen), Partikel und/oder Defektdichte, Zusammen-
00122 setzung im Mehrstoffsystem, optische und elektrische
00123 Eigenschaften der Schichten sowie Effizienz der Deposi-
00124 tion. Die nach Stand der Technik eingesetzten Gasein-
00125 lassgeometrien erfüllen entweder nur die hydrodynami-
00126 sche oder die thermodynamische Aufgabenstellung.

00127

00128 Oft erfolgt eine ungewollte Deposition im Bereich der
00129 Einlassgeometrie. Diese entsteht dann, wenn im Ein-
00130 lassbereich entweder zu hohe (d.h. kinetisch limitierte
00131 Deposition) oder zu kalte Oberflächentemperaturen (d.h.
00132 Kondensation oder Thermophorese) sich einstellen, oder
00133 eine Durchmischung der Gase innerhalb der Zone der
00134 Einleitung oder innerhalb der Kammer durch Strömung
00135 und/oder Diffusion auftritt (Nukleation = homogene
00136 Gasphasenreaktion). Die parasitäre Belegung hat dann
00137 zur Folge, dass sich die Eigenschaften (thermisch
00138 und/oder chemisch) des Gaseinlasses im Laufe des Prozes-
00139 ses ändern, so dass die Kontrolle über eine kontinuier-
00140 liche und gleichmäßige Abscheidung nicht gewährleistet

00141 ist. Die parasitären Ablagerungen führen zu einer Ver-
00142 schleppung einzelner Komponenten in die nachfolgenden
00143 Schichten hinein. Ferner reduziert diese Belegung die
00144 Effizienz der Elemente, besonders wenn die Einlassgeo-
00145 metrie eine im Vergleich zur Nutzfläche und große Ober-
00146 fläche aufweist.

00147

00148 Weiterhin ist die Gaseinlasseinheit typisch so gestal-
00149 tet, dass die effektive Trennung der Gase, die die
00150 thermisch unterschiedlichen Eigenschaften der Prekursor-
00151 ren erfordert, nicht gewährleistet ist. Die Folge sind
00152 unerwünschte Reaktionen einiger Gase in der Gasphase
00153 miteinander (d.h. Nukleation), welche die Eigenschaft
00154 der abzuscheidenden Schicht negativ beeinflusst, z.B.
00155 Partikel oder Kontamination. Die Nukleation reduziert
00156 die Materialeffizienz und führt zur Kontamination der
00157 Schicht mit diesen Verbindungen.

00158

00159 Um die oben aufgeführten Nachteile zu reduzieren, wer-
00160 den heutige Gaseinlässe typischerweise prozesstechnisch
00161 weit von den zu beschichtenden Oberflächen entfernt
00162 angeordnet, d.h. entweder räumlich oder durch Wahl der
00163 Prozessparameter (z.B. sehr niedrigen Druck bzw. große
00164 Reynold Zahlen). Die derzeit bekannten Reaktoren zeich-
00165 nen sich daher durch eine niedrige Effizienz (deutlich
00166 kleiner als 25%), d.h. nur ein geringer Anteil der
00167 eingeleiteten Elemente deponieren in der brauchbaren
00168 funktionalen Schicht.

00169

00170 Somit sind die Schichteigenschaften, hergestellt mit
00171 solchen Systemen, nicht optimal und auch die Wirtschaft-
00172 lichkeit solcher Systeme ist nur gering.

00173

00174 Zur Sublimation der festen Prekursoren werden überlich-
00175 erweise Verdampferquellen verwendet, die durch die Wahl

00176 des Behälterdrucks und Temperatur des Quellenmaterial
00177 aus der festen Phase direkt gasförmig zur Verfügung
00178 stellen, d.h. sublimieren. Ist der Dampfdruck des Quel-
00179 lenmaterials sehr niedrig, werden hohe Temperaturen
00180 erforderlich. Nach heutigem Stand der Technik werden
00181 daher einige Prekursoren in Booten in den Reaktor einge-
00182 führt. In den verwendeten Heißwandsystemen wird die
00183 Temperatur der Reaktoren so über die Baulänge profi-
00184 liert, dass die erforderliche Sublimationstemperatur je
00185 Prekursor in je einer Zone eingestellt wird. Nachteil
00186 dieses Aufbaus sind ungenaue Einstellung der optimalen
00187 Sublimationstemperatur, große Volumina der Verdampfer-
00188 Einrichtung, nicht getrennte Druckeinstellung je Prekur-
00189 sor verschieden und unabhängig vom Reaktor-Prozess-
00190 druck, nicht flexible und individuelle Temperaturen-
00191 einstellung je Prekursor. Gravierendster Nachteil je-
00192 doch ist der zeitlich nicht gesteuerte Quellenstrom, da
00193 diese Verdampferquellen offen zur Beschichtungszone
00194 wirken.

00195

00196 Die hier vorgestellte technische Lehre soll alle oben
00197 genannten Nachteile beheben und stellt je nach Anwen-
00198 dungsanforderung die geeigneten Verfahren und Vorrich-
00199 tungen zur Verfügung.

00200

00201 Die Sublimationsvorrichtung der Ausgangsstoffe (Prekur-
00202 soren) ist geometrisch vom Reaktor getrennt und je
00203 Prekursor einzeln ausgeführt. Damit kann flexible und
00204 optimiert die Transportmenge je Prekursor kontrolliert
00205 und gesteuert werden. Jeder Prekursor ist individuell,
00206 zeitlich präzise steuerbar, und zudem unabhängig von
00207 Reaktorparametern.

00208

00209 Die Einlassgeometrie sichert minimale Kammeroberfläche
00210 im Verhältnis zur Beschichtungsoberfläche (nahe 1:1)

00211 und damit maximierte Effizienz des Verfahrens. Die
00212 Ausgestaltung der Geometrie des Einlasses vermeidet im
00213 Grundsatz Reaktionen zwischen den Prekursoren als auch
00214 parasitäre Belegung an der Oberfläche des Einlasses
00215 selber.
00216
00217 Die Ausgestaltung der Einlassgeometrie der Prekursoren
00218 in Verbindung mit der Reaktorgeometrie sichert homogene
00219 Verteilung aller Materialien mit zeitlich präziser
00220 Kontrolle.
00221
00222 Die erzielten Beschichtungen zeichnen sich dabei durch
00223 eine Homogenität der Zusammensetzung, Sichtdicke und
00224 Dotierung im Bereich von 1% aus. Weiterhin können mit
00225 der Apparatur und dem Verfahren Übergänge im Material
00226 und Dotierstoffprofile präzise und reproduzierbar einge-
00227 stellt werden. Die Bildung von Partikel ist durch die
00228 Erfindung vermieden.
00229
00230 Der Ort der Sublimation der Ausgangsstoffe (Prekurso-
00231 ren) ist getrennt von der Reaktorkammer ausgeführt.
00232 Dabei ist die Anordnung so gewählt, dass der Ausgangs-
00233 stoff mit minimaler Transiente in den Gaseinlass ge-
00234 führt wird. Hierzu wird in einem Beschichtungssystem
00235 der Ausgangsstoff-Behälter in unmittelbarer Nähe z.B.
00236 auf den Reaktordeckel platziert. Ein kurzer Rohrweg
00237 leitet das Material unmittelbar in die Gaseinlassein-
00238 heit.
00239
00240 Der Tank für die Ausgangsstoffe wird eigens und unabhän-
00241 gig von der Reaktortemperatur geheizt. Dazu wird entwe-
00242 der eine Widerstandsheizung um den Tank genutzt, oder
00243 in einem Hohlmantel um den Tank thermostatisierte Flüs-
00244 sigkeit gepumpt.
00245

00246 Der Druck im Tank kann mit einem Regelventil an der
00247 Ausgangsseite des Tanks einzeln und unabhängig vom
00248 Reaktor geregelt werden. Das Regelventil ist beheizt
00249 und stellt im Verlauf des Materialweges einen positiven
00250 Temperaturgradienten zur Vermeidung von lokaler Konden-
00251 sation sicher.

00252

00253 Der Transport des sublimierten Ausgangsstoffes zum Reak-
00254 tor wird mittels eines Gasflusses unterstützt. Dieses
00255 Gas wird auch zur Einstellung einer Prekursorkonzentra-
00256 tion in der Zuleitung verwendet.

00257

00258 Zur zeitlichen Kontrolle der Leitung der Ausgangsstoffe
00259 in den Reaktor wird das Druckventil und der Massenfluss-
00260 regler geregelt, d.h. schließt das Drosselventil voll-
00261 ständig, wird der Massenfluss auf 0 gesetzt.

00262

00263 Diese Anordnung kann auf dem Reaktor in vielfacher
00264 Weise wiederholt werden, so dass jedes Material unabhän-
00265 gig voneinander geregelt wird.

00266

00267 Der Gaseinlass wird gegenüber dem Substrat im Reaktor
00268 als eine Anordnung von vielen Düsen (im Folgenden Show-
00269 erhead) aus einer Fläche ausgeführt, im Folgenden Ple-
00270 num benannt. Die Düsen sind so dimensioniert, dass sie
00271 entsprechend der Prekursoreigenschaft, wie Viskosität,
00272 Masse und Konzentration eine turbulenzfreie Injektion
00273 in die Kammer gewährleisten.

00274

00275 Der Abstand von Düse zu Düse ist im Verhältnis des
00276 Abstands zum Gaseinlass optimiert, d.h. die aus den
00277 Düsen austretende "Strahlen" (Jets) sind von der Sub-
00278 stratoberfläche abgeklungen und bilden im Gesamten eine
00279 homogene Strömungsebene.

00280

00281 Die Düsen können einzeln oder gesamt in beliebigem
00282 Winkel in der Gaseinlassoberfläche ausgeführt werden,
00283 um die Transportverteilung der Ausgangsstoffe homogen
00284 für die Form des Substrats zu kontrollieren.

00285

00286 Die Ebene in der die Düsen zur Injektion der Ausgangs-
00287 stoffe eingebracht sind, kann plan sein für die Be-
00288 schichtung von planen Substraten und auch Folien oder
00289 gewölbt für nicht ebene, d.h. vorgeformte Substrate.

00290

00291 Das gesamte Plenum wird aktiv mittels Kühlmittel in
00292 einem Hohlwandaufbau oder mittels einer elektrischen
00293 Heizung (Widerstandsheizung, Peltier), so thermisch
00294 kontrolliert, dass ein positiver Temperaturgradient
00295 gegenüber der Sublimationstemperatur eingestellt wird.

00296

00297 In das Innenvolumen des Plenums wird der sublimierte
00298 Ausgangsstoff über eine sehr kurze temperierte Leitung
00299 injiziert.

00300

00301 Zur Einstellung der optimierten hydrodynamischen Bedin-
00302 gungen an den Düsen wird zusätzlich zu den Ausgangsstof-
00303 fen über eine weitere Zuleitung Trägergas eingestellt.

00304

00305 Dieses Gas sichert ferner eine schnelle Spülung des
00306 Plenums zum zeitlich kontrollierten An- und Abschalten
00307 des Prekursors in die Kammer.

00308

00309 Die beschriebene Anordnung wird für die Mehrstoffanwen-
00310 dung konsequent je Prekursor ausgeführt. Dabei wird
00311 unter Nutzung der "closed coupled showerhead"-Technik
00312 die separate Injektion je Prekursor gesichert. Durch
00313 eine individuelle Heizung jedes Plenums wird jeder
00314 Ausgangsstoff entlang eines positiven Temperaturgradien-
00315 ten zur Vermeidung von parasitärer Kondensation kompa-

00316 riert. Die Düsen sind so dimensioniert und zueinander
00317 angeordnet, dass keine lokale Mischung der Prekursor an
00318 den Düsen entsteht. Die Anordnung der Pleni in Ebenen
00319 wird so gewählt, dass die längeren Düsen im thermischen
00320 Kontakt mit den folgenden Pleni einen positiven Tempera-
00321 turgradienten zur Vermeidung der Kondensation dieses
00322 Prekursors erhält.

00323

00324 Als Ausgangsstoffe kommen insbesondere solche Salze in
00325 Betracht, die das US-Patent 5,554,220 beschreibt. Diese
00326 Salze werden in Verdampfern sublimiert. Die Verdampfer
00327 können dabei insbesondere eine Gestalt aufweisen, wie
00328 sie die deutsche Patentanmeldung DE 100 48 759 be-
00329 schreibt. Dort wird das Gas unterhalb einer Fritte, auf
00330 der sich das Salz in Form einer Schüttung befindet, dem
00331 Verdampfer zugeleitet. Oberhalb der Fritte bzw. der
00332 Schüttung wird das mit dem gasförmigen Ausgangsstoff
00333 gesättigte Gas abgeleitet. Durch eine entsprechend
00334 höhere Temperatur der stromabwärts liegenden Rohre oder
00335 durch Verdünnung wird der Partialdruck des Ausgangsstof-
00336 fes unterhalb seines Sättigungspartialdruckes gehalten,
00337 so dass eine Kondensation vermieden ist.

00338

00339 Ausführungsbeispiele der Erfindung werden nachfolgend
00340 anhand beigefügter Zeichnungen erläutert. Es zeigen:

00341

00342 Figur 1 in grobschematischer Darstellung eine Vorrich-
00343 tung gemäß der Erfindung,

00344

00345 Figur 2 ebenfalls in grobschematischer Darstellung
00346 eine Gaseinlasseinheit, welche in einer Vor-
00347 richtung gemäß Figur 1 Verwendung finden kann,

00348

00349 Figur 3 einen Schnitt gemäß der Linie III-III durch
00350 die Gaseinlasseinheit,

00351 Figur 4 einen Schnitt gemäß der Linie IV-IV durch die
00352 Gaseinlasseinheit,
00353
00354 Figur 5 ein zweites Ausführungsbeispiel einer Vorrich-
00355 tung in einer grobschematischen Darstellung,
00356
00357 Figur 6 ein zweites Ausführungsbeispiel der Gaseinlass-
00358 einheit,
00359
00360 Figur 7 eine Erläuterungshilfe für die Prozessparame-
00361 ter, und
00362
00363 Figur 8 in schematischer Darstellung eine Quelle für
00364 einen Ausgangsstoff.
00365
00366 Die in den Figuren 1 und 5 dargestellten Vorrichtungen
00367 besitzen jeweils zwei temperierte Behälter 5, 5'. Bei
00368 der in Figur 1 dargestellten Vorrichtung sind diese
00369 Behälter unmittelbar auf dem Deckel 14 des Reaktors 10
00370 angeordnet. Bei dem in Figur 5 dargestellten Ausfüh-
00371 rungsbeispiel sind die beiden Behälter 5, 5' etwas
00372 entfernt vom Reaktor 10 angeordnet. In den Behältern 5,
00373 5' befinden sich Tanks 1, 3. Diese Tanks wirken als
00374 Quelle für die Ausgangsstoffe. In den Tanks 1, 3 befin-
00375 den sich flüssige Ausgangsstoffe 2, 4. Die Ausgangsstof-
00376 fe können auch fest sein. Im Innern der temperierten
00377 Behälter 5, 5' herrscht eine derartige Temperatur, dass
00378 die in den Tanks 1, 3 befindlichen Ausgangsstoffe 2, 4
00379 verdampfen. Die Verdampfungsrate lässt sich über die
00380 Temperatur beeinflussen. In dem Behälter 5 sind im
00381 Ausführungsbeispiel drei Quellen und im Behälter 5'
00382 sind ebenfalls drei Quellen angeordnet. Die beiden
00383 Behälter 5, 5' können auf unterschiedlichen Temperatu-
00384 ren gehalten werden.
00385

00386 In jeden der beiden Behälter 5, 5' führt eine Trägergas-
00387 leitung, um ein Trägergas 35 zu leiten. In die Träger-
00388 gasleitung münden je Quelle eine Ableitung für die aus
00389 den Tanks 1, 3 heraustretenden gasförmigen Ausgangsstof-
00390 fe. Die Tanks 1, 3 sind mittels hitzebeständiger Venti-
00391 le, insbesondere Regelventile 34, die auch selbst be-
00392 heizt sein können, verschließbar und öffnenbar. Die
00393 Leitungen 6, 7, durch welche das Trägergas und die vom
00394 Trägergas transportierten Reaktionsgase strömen, münden
00395 beim Ausführungsbeispiel der Figur 1 direkt in den
00396 Reaktor. Beim Ausführungsbeispiel gemäß der Figur 5
00397 verlaufen die beiden Leitungen 6, 7 über eine freie
00398 Strecke, wo sie mittels temperierter Mäntel 8, 9 auf
00399 einer Temperatur gehalten werden, die gleich oder grö-
00400 ßer ist, als die Temperatur in den Behältern 5, 5'. Die
00401 Leitungen 6, 7 münden in den Reaktor. Die Dosierung der
00402 Reaktionsgase erfolgt über die Temperatur der Behälter
00403 5, 5' bzw. die Regelventile 34.

00404

00405 Im Bereich der Mündung der Leitungen 6, 7 besitzt der
00406 Reaktordeckel 14 eine Temperatur, die größer ist, als
00407 die Temperatur in den temperierten Behältern 5, 5'. Die
00408 Leitungen 6, 7 münden nicht unmittelbar in die Reakti-
00409 onskammer 11, sondern zunächst in eine in der Reaktions-
00410 kammer, um einen Spalt 29 vom Reaktordeckel 14 beabstan-
00411 dete Gaseinlasseinheit 15. Eine typisch gestaltete
00412 Gaseinlasseinheit zeigen die Figur 2 und 6.

00413

00414 Die Gaseinlasseinheit 15 befindet sich unmittelbar
00415 oberhalb des Substrates 12. Zwischen dem Substrat 12
00416 und der Bodenplatte 17 der Gaseinlasseinheit 15 befin-
00417 det sich die Reaktionskammer. Das Substrat 12 liegt auf
00418 einem Suszeptor 13, welcher gekühlt ist. Die Temperatur
00419 des Suszeptors wird geregelt. Hierzu kann der Suszeptor
00420 mit Pelletierelementen versehen sein. Es ist aber auch

00421 möglich, wie in Figur 1 dargestellt, dass der Suszeptor
00422 13 innen eine Hohlkammer 41 besitzt, die mittels Spül-
00423 leitungen 40 mit einer Kühlflüssigkeit gespült wird, so
00424 dass damit die Temperatur des Suszeptors 13 auf einer
00425 Temperatur gehalten werden kann, die geringer ist, als
00426 die Temperatur der Gaseinlasseinheit 15.

00427

00428 Diese Temperatur ist auch geringer, als die Temperatur
00429 der Reaktorwände 37. Die Temperatur der Gaseinlassein-
00430 heit 15 liegt oberhalb der Kondensationstemperatur der
00431 gasförmig in die Gaseinlasseinheit 15 gebrachten Aus-
00432 gangsstoffe 2, 4. Da auch die Temperatur der Reaktorwän-
00433 de 37 höher ist, als die Kondensationstemperatur, kon-
00434 densieren die aus der Gaseinlasseinheit 15 austretenden
00435 Moleküle ausschließlich auf dem auf dem Suszeptor 13
00436 aufliegenden Substrat 12.

00437

00438 Bei den in den Figuren 2 bzw. 6 dargestellten Gaseinlas-
00439 seinheiten 15 handelt es sich jeweils um einen sogenann-
00440 ten, an sich bekannten "Showerhead". Das Ausführungsbei-
00441 spiel der Figur 2 zeigt einen Showerhead mit insgesamt
00442 zwei voneinander getrennten Volumen 22, 23. Die Volumen
00443 sind mittels einer Zwischenplatte 18 gegeneinander und
00444 mittels einer Deckplatte 16 bzw. einer Bodenplatte 17
00445 gegenüber der Reaktionskammer 11 abgegrenzt. Der "Show-
00446 erhead" gemäß Figur 6 besitzt dagegen nur eine Kammer.
00447 Dieses Volumen 22 wird begrenzt von der Bodenplatte 17,
00448 einem Ring 33 und der Deckplatte 16. In die Deckplatte
00449 16 münden die bereits erwähnten Rohrleitungen 6, 7 für
00450 die beiden Ausgangsstoffe. Beim Ausführungsbeispiel
00451 gemäß Figur 6 ist nur eine Rohrleitung 6 erforderlich.
00452 Die Rohrleitungen 6 bzw. 7 münden in sternförmig radial
00453 verlaufende Kanäle 21 bzw. 20, die in der Deckplatte 16
00454 angeordnet sind. Nach einer Umleitung im Randbereich
00455 des im Wesentlichen zylinderförmigen Körpers der Gasein-

00456 lasseinheit 15 münden die Kanäle 20 bzw. 21 in radial
00457 außen liegende Mündungstrichter 27 bzw. 28, die sich an
00458 der äußeren Peripherie der zylinderförmigen Volumina
00459 22, 23 befinden. Die aus den Mündungstrichtern 27, 28
00460 austretenden Gase verteilen sich in den Volumina 22, 23
00461 gleichmäßig.

00462

00463 Die in einem Mehrkammer-Showerhead vorgesehene Zwischen-
00464 platte 18 besitzt Öffnungen, von welchen Röhrchen 24
00465 ausgehen, die das Volumen 23 durchragen und mit der
00466 Bodenplatte 17 derart verbunden sind, dass das im Volu-
00467 men 22 befindliche Gas nicht in Kontakt tritt, mit dem
00468 im Volumen 23 befindlichen Gas. In der Bodenplatte 17
00469 befinden sich abwechselnd zu den Öffnungen 26 der Röhr-
00470 chen 24 Öffnungen 25, aus welchen das in dem Volumen 23
00471 befindliche Gas austreten kann.

00472

00473 Die in den Volumen 22, 23 befindlichen Gase treten
00474 durch die düsenartig ausgebildeten Öffnungen 25, 26 in
00475 einem homogenen Strömungsfeld aus.

00476

00477 Aus den Öffnungen 25, 26 treten die Gase turbulent aus.
00478 Sie formen jeweils einen Strahl, so dass sich die aus
00479 nebeneinander liegenden Öffnungen 25, 26 austretenden
00480 Gasströme erst unmittelbar oberhalb des Substrates 12
00481 innerhalb der in der Figur 6 mit d bezeichneten Grenz-
00482 schicht mischen. Oberhalb der Grenzschicht d verlaufen
00483 die Strahlen 36 im Wesentlichen parallel zueinander,
00484 ohne dass zwischen ihnen eine nennenswerte Durchmischung
00485 stattfindet. Im Abstand d ist eine nahezu homogene
00486 Gasfront ausgebildet.

00487

00488 Bei dem in Figur 2 dargestellten Ausführungsbeispiel
00489 sind die beiden Volumina 22, 23 unabhängig voneinander
00490 thermostatierbar. Bei dem in Figur 6 dargestellten

00491 Ausführungsbeispiel ist das einzige Volumen 22 thermos-
00492 tatierbar. Um die Volumina 22, 23 auf eine voreinge-
00493 stellte Temperatur zu regeln, die größer ist, als die
00494 Temperatur der Behälter 5, 5' und erheblich größer, als
00495 die Temperatur des Suszeptors 13, sind Heizwendel 30,
00496 32 vorgesehen. Anstelle der Heizwendel 30, 32 ist es
00497 aber auch denkbar, Kanäle in die Platten 17, 18, 16
00498 einzubringen, und diese von einer temperierten Flüssig-
00499 keit durchströmen zu lassen.

00500

00501 Der Ring 33 kann in einer ähnlichen Weise beheizt wer-
00502 den. Dem Ring können in geeigneter Weise Heizwendel
00503 angeordnet sein. Er kann aber auch mit entsprechend
00504 temperierten Flüssigkeiten auf Temperatur gehalten
00505 werden.

00506

00507 Beim Ausführungsbeispiel befindet sich unterhalb der
00508 Deckplatte 16 eine Heizplatte 31. Der Figur 3 ist zu
00509 entnehmen, dass in der Heizplatte 31 mäanderförmig eine
00510 Heizwendel 33 eingebracht ist. Auch die Deckplatte der
00511 Gaseinlasseinheit 15 der Figur 6 kann beheizt sein.

00512

00513 Auch in die Bodenplatte 17 ist eine Heizwendel 33 mäan-
00514 derförmig eingebracht. (vgl. Fig. 4)

00515

00516 Als Ausgangsstoffe für die Beschichtung können solche
00517 Salze verwendet werden, wie das US-Patent 5,554,220
00518 beschreibt. Diese Salze werden in Tanks sublimiert,
00519 indem den Tanks ein Trägergas zugeleitet wird, welches
00520 durch eine Schüttung der Salze strömt. Ein derartiger
00521 Verdampfer wird in der DE 100 48 759.9 beschrieben.

00522

00523 Die Figur 8 zeigt ferner exemplarisch einen Verdampfer
00524 für eine Flüssigkeit. Ein Trägergas 42 wird durch ein
00525 Dreiwegeventil über eine Zuleitung in den flüssigen

00526 oder festen Ausgangsstoff 2 eingeleitet. Es durchströmt
00527 dann den Ausgangsstoff 2, um durch die Austrittsleitung
00528 und das geheizte Ventil 34 den Tank 1 zu verlassen.
00529 Über eine Rohrleitung 6 wird es mittels des Trägergases
00530 35 der Gaseinlasseinheit 15 zugeführt. Die Spülung des
00531 Tanks mit dem Trägergas 42 kann mittels des Dreiwegeven-
00532 tiles an- und abgeschaltet werden. Im abgeschalteten
00533 Zustand strömt das Trägergas 42 durch eine Bypasslei-
00534 tung 44 direkt in die Ableitung bzw. die Rohrleitung 6.
00535 Der Gasfluss 42 und der Gasfluss 35 sind massenflussge-
00536 regelt. Um den Massenfluss 42 beim Umschalten des Drei-
00537 wegeventiles 43 nicht zu beeinflussen, kann die Bypass-
00538 leitung 44 den selben Strömungswiderstand besitzen, wie
00539 der gesamte Tank 1.

00540

00541 Jeder der in den Figuren 1 bzw. 5 angedeutete Tank 1, 3
00542 kann eine Gestaltung und eine Beschaltung haben, wie
00543 sie in Figur 8 dargestellt ist oder wie sie in der
00544 DE 100 48 759.9 beschrieben wird.

00545

00546 Zufolge der Verdünnung die durch das Trägergas 35 er-
00547 zielt ist, sinkt der Partialdruck des Ausgangsstoffes 2
00548 bzw. des Ausgangsstoffes 3 innerhalb des den Tanks 1, 3
00549 folgenden Rohrleitungssystems bzw. der Gaseinlassein-
00550 heit 15. Diese Verdünnung hat zur Folge, dass die Tempe-
00551 ratur in diesen nachfolgenden Rohrabschnitten 6, 7 bzw.
00552 in der Gaseinlasseinheit 15 geringer sein kann, als die
00553 Temperatur in den Behältern 5, 5', ohne dass eine Kon-
00554 densation eintritt, da die Temperatur immer noch so
00555 hoch ist, dass der Partialdruck der einzelnen Ausgangs-
00556 stoffe unterhalb ihres Sättigungsdampfdruckes liegt.

00557

00558 Mittels eines oder mehrerer Sensoren 38, die insbesonde-
00559 re außerhalb der Reaktorwand angeordnet sind und die

00560 über einen Kanal 39 mit der Reaktionskammer 11 verbun-
00561 den sind, kann die Substrattemperatur gemessen werden.

00562

00563 Das in dem Spalt 29 eingeleitete Gas kann durch Wahl
00564 einer geeigneten Zusammensetzung in seiner Wärmeleitfä-
00565 higkeit variiert werden. Durch die Wahl der Gaszusammen-
00566 setzung kann demnach der Wärmetransport von oder zur
00567 Gaseinlasseinheit 15 eingestellt werden. Auch auf diese
00568 Weise lässt sich die Temperatur beeinflussen.

00569

00570 Alle offenbarten Merkmale sind (für sich) erfindungswe-
00571 sentlich. In die Offenbarung der Anmeldung wird hiermit
00572 auch der Offenbarungsinhalt der zugehörigen/beigefügten
00573 Prioritätsunterlagen (Abschrift der Voranmeldung) voll-
00574 inhaltlich mit einbezogen, auch zu dem Zweck, Merkmale
00575 dieser Unterlagen in Ansprüche vorliegender Anmeldung
00576 mit aufzunehmen.

00577 ANSPRÜCHE

00578

00579 1. Verfahren zum Beschichten von Substraten, bei dem
00580 wenigstens eine Schicht mittels eines Kondensationsver-
00581 fahrens auf das wenigstens eine Substrat aufgebracht
00582 wird, und bei dem für wenigstens einen Teil der Reakti-
00583 onsgase feste und/oder flüssige Ausgangsstoffe und
00584 insbesondere wenigstens eine Sublimationsquelle verwen-
00585 det werden, gekennzeichnet durch eine Konzentrations-/
00586 und/oder Temperatursteuerung der Reaktionsgase zwischen
00587 der Quelle (1, 3) und dem Substrat (12), durch die eine
00588 Kondensation der Reaktionsgase vor dem oder den Substra-
00589 ten vermieden wird.

00590

00591 2. Verfahren nach Anspruch 1 oder insbesondere danach,
00592 dadurch gekennzeichnet, dass eine Gaseinlasseinheit
00593 (15) mit einer Einlassgeometrie verwendet wird, die für
00594 eine Trennung der Gase zur Unterdrückung einer paras-
00595 itären Gasphasenreaktion sorgt.

00596

00597 3. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehen-
00598 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-
00599 zeichnet, dass die Quellen (1, 3) auf unterschiedlichen
00600 Temperaturen gehalten werden.

00601

00602 4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehen-
00603 den Ansprüche oder insbesondere danach, gekennzeichnet
00604 durch die Verwendung mehrerer Injektionsanordnungen
00605 (25, 26).

00606

00607 5. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehen-
00608 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-
00609 zeichnet, dass zur Minimierung der parasitären Deposi-
00610 tion und damit der Verluste aus der Gasphase die einzel-

00611 nen Reaktionsgase ohne Strömungsüberlappung injiziert
00612 werden.

00613

00614 6. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehen-
00615 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-
00616 zeichnet, dass die Austrittsgeschwindigkeit der Gase
00617 aus den einzelnen Injektionsdüsen sowie Injektionsberei-
00618 chen so gewählt sind, dass lokale Bernoulli-Effekte
00619 vermieden werden.

00620

00621 7. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehen-
00622 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-
00623 zeichnet, dass der Druck in dem oder den Tanks (1, 3)
00624 der Ausgangsstoffe jeweils mittels Inertgasspülung (35)
00625 und Regelventil (34) unabhängig vom Druck in der Reak-
00626 torkammer (11) geregelt wird.

00627

00628 8. Vorrichtung zur Kondensationsbeschichtung mit
00629 - einer Reaktionskammer (11),
00630 - wenigstens einem Suszeptor (13) und
00631 - einem Gaszuführungssystem (5, 5') mit wenigstens
00632 einer Quelle (1, 3) für die Ausgangsstoffe,
00633 dadurch gekennzeichnet, dass die Quellen (1, 3) Reser-
00634 voire, der oder die Suszeptoren (13), die Reaktorwände
00635 und die Gaseinlasseinheit separat derart thermostati-
00636 sierbar sind, dass die Reaktorwände (37) die Gaseinlass-
00637 einheit (15) und die Prekursorreservoir (1, 3) auf
00638 jeweils höhere Temperaturen als ein Substrat (12) auf
00639 dem Suszeptor (13) regelbar sind.

00640

00641 9. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehen-
00642 den Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch gekenn-
00643 zeichnet, dass die Quellen (1, 3) getrennt thermostati-
00644 sierbar sind, so dass ein positiver Temperaturgradient
00645 zu allen Kammer-, und Einlass-Oberflächen einstellbar

00646 ist, und dass über Druck und Temperatur die Transport-
00647 menge der gasförmigen Ausgangsstoffe kontrollierbar ist.

00648

00649 10. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00650 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00651 gekennzeichnet, dass die Thermostatisierung eines oder
00652 aller Reservoirs (1, 3) mittels einer Flüssigkeit oder
00653 elektrisch aktiven Komponenten ausgeführt ist.

00654

00655 11. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00656 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00657 gekennzeichnet, dass die Heizung derart ausgelegt ist,
00658 dass eine Reinigung eines Reservoirs durch gegenüber
00659 Prozesstemperatur erhöhte Temperatur möglich ist.

00660

00661 12. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00662 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00663 gekennzeichnet, dass die Gaseinlasseinheit (15) als
00664 Ein- oder Mehrkammer-Showerhead mit einem oder mehreren
00665 separaten Pleni (Volumen 22, 23) ausgebildet ist.

00666

00667 13. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00668 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00669 gekennzeichnet, dass als Trägergas Ar, H₂, N₂, He ein-
00670 zeln oder gemischt eingesetzt wird.

00671

00672 14. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00673 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00674 gekennzeichnet, dass ein gasförmiger Ausgangsstoff je
00675 Plenum (22, 23) separat über Düsen (25, 26) in die
00676 Reaktorkammer (11) einleitbar ist, so dass sich die
00677 Quellmaterialien erst nach Austritt aus dem Gaseinlass
00678 insbesondere kurz vor dem Substrat (12) vermischen
00679 können.

00680

00681 15. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00682 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00683 gekennzeichnet, dass zwei oder mehr gasförmige Ausgangs-
00684 stoffe je Plenum (22, 23) separat über Düsen (25, 26)
00685 in die Reaktionskammer eingeleitet werden.

00686

00687 16. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00688 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00689 gekennzeichnet, dass die Düsen (25, 26) je Plenum gegen-
00690 über dem Substrat (12) in einem beliebigen Winkel ange-
00691 ordnet sind.

00692

00693 17. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00694 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch ge-
00695 kennzeichnet, dass die Düsen (25, 26) je Plenum (22, 23)
00696 gleichen oder unterschiedlichen Durchmessern ausgeführt
00697 sind, so dass gleich oder unterschiedlich viskose Mas-
00698 senflüsse der Ausgangsstoffe eine homogene Injektions-
00699 verteilung sicherstellen.

00700

00701 18. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00702 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00703 gekennzeichnet, dass die Düsen (25, 26) je Plenum in
00704 gleichem oder unterschiedlichem Abstand zueinander in
00705 einer Verteilung so ausgeführt sind, dass sich eine
00706 homogene geschlossene Injektionsverteilung ergibt.

00707

00708 19. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00709 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch ge-
00710 kennzeichnet, dass jedes Plenum 22, 23 separat thermos-
00711 tatisierbar ist, so dass stark unterschiedliche subli-
00712 mierende Ausgangsstoffe eingesetzt werden können.

00713

00714 20. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00715 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch

00716 gekennzeichnet, dass die Thermostatisierung eines oder
00717 aller Pleni (22, 23) mittels Flüssigkeit oder elek-
00718 trisch aktiven Komponenten (30, 32) erfolgt, und dass
00719 die Kondensation der Ausgangsstoffe in jedem Plenum
00720 (22, 23) vermieden wird.

00721

00722 21. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00723 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00724 gekennzeichnet, dass Sensoren (38) und zugehörige Kanä-
00725 le (39) in der Reaktorwandung vorgesehen sind, die
00726 Bemessung von Eigenschaften der Schichten und/oder auf
00727 der Oberfläche der Substrate (12) erlauben.

00728

00729 22. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00730 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00731 gekennzeichnet, dass der oder die Suszeptoren (13) zur
00732 Aufnahme von Substraten (12) mit runder, eckiger, fla-
00733 cher, gewölbter Form oder von Folien ausgebildet sind.

00734

00735 23. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00736 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch ge-
00737 kennzeichnet, dass der Suszeptor mittels einer Flüssig-
00738 keit in einem Hohlmantel (41) oder elektrisch aktiven
00739 Komponenten (Peltier/Widerstandsheizung) thermisch so
00740 steuerbar ist, dass zwischen der die Suszeptoroberfläche
00741 und allen anderen Wänden (37) sowie der Gasphase einen
00742 negativen Temperaturgradienten besteht, so dass die
00743 Beschichtung des Substrats über Kondensation kontrol-
00744 lierbar werden kann.

00745

00746 24. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00747 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00748 gekennzeichnet, dass eine Heizung für den Suszeptor
00749 (13) derart ausgelegt ist, dass eine Reinigung des
00750 Suszeptors (13) und der Reaktionskammer (11) durch

00751 gegenüber der Prozesstemperatur erhöhte Temperatur
00752 durchgeführt werden kann.

00753

00754 25. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00755 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00756 gekennzeichnet, dass durch Verdünnung des aus den Tanks
00757 (1, 3) austretenden Gas mit einem Trägergas (35) die
00758 Konzentration des Ausgangsstoffes in der Rohrleitung
00759 (6) bzw. der Gaseinlasseinheit (15) derartig herabge-
00760 setzt wird, dass die Kondensationstemperatur unterhalb
00761 der Quellentemperatur liegt.

00762

00763 26. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00764 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00765 gekennzeichnet, dass das Substrat während des Beschich-
00766 tungsvorganges maskiert ist, bspw. mit einer Schatten-
00767 maske versehen ist.

00768

00769 27. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorherge-
00770 henden Ansprüche oder insbesondere danach, dadurch
00771 gekennzeichnet, dass zur Vermeidung abrupter Massen-
00772 stromveränderung die geregelten Massenflüsse zu den
00773 Tanks in eine Bypassleitung (44) umgelenkt werden kön-
00774 nen.

1/7

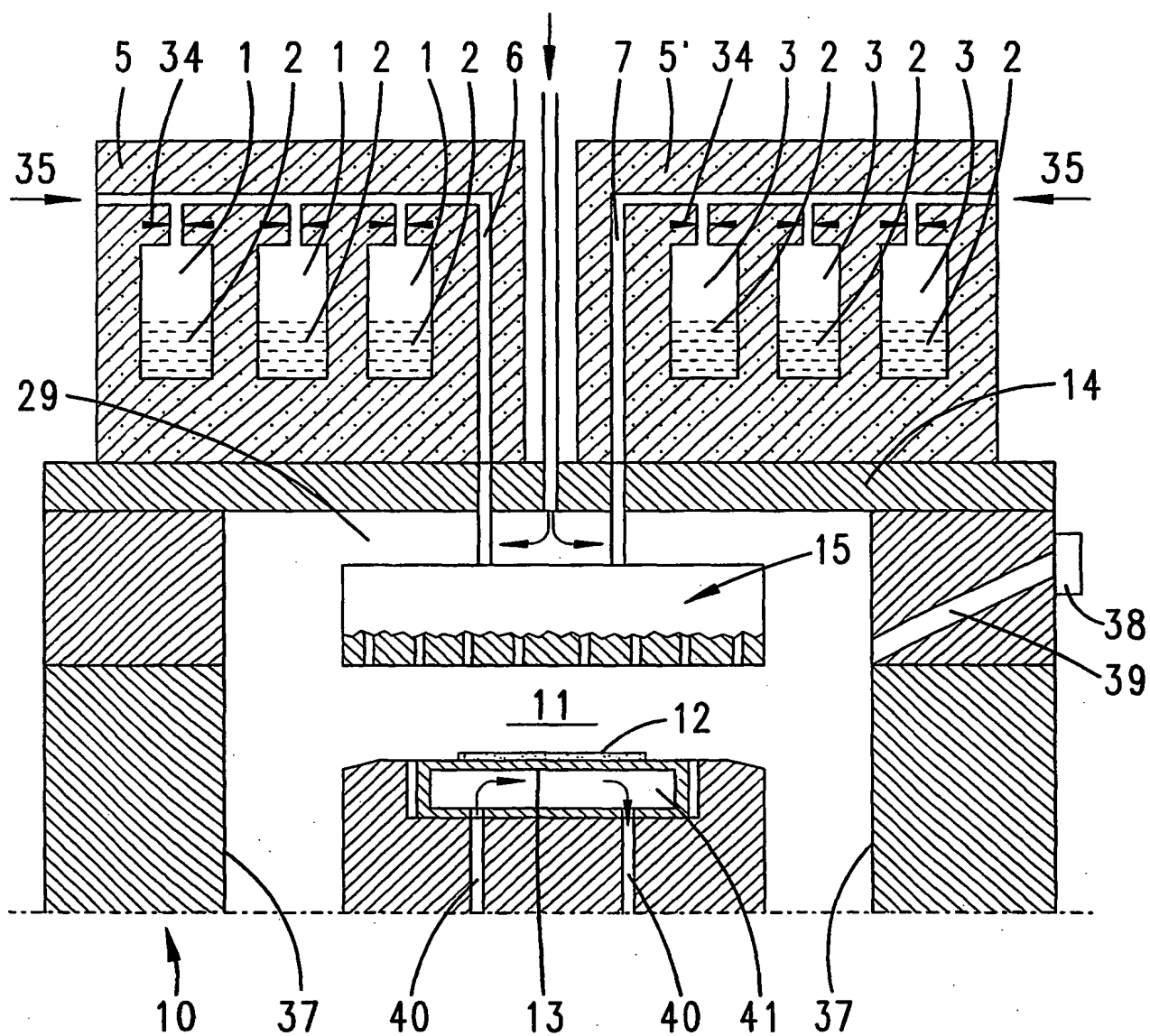
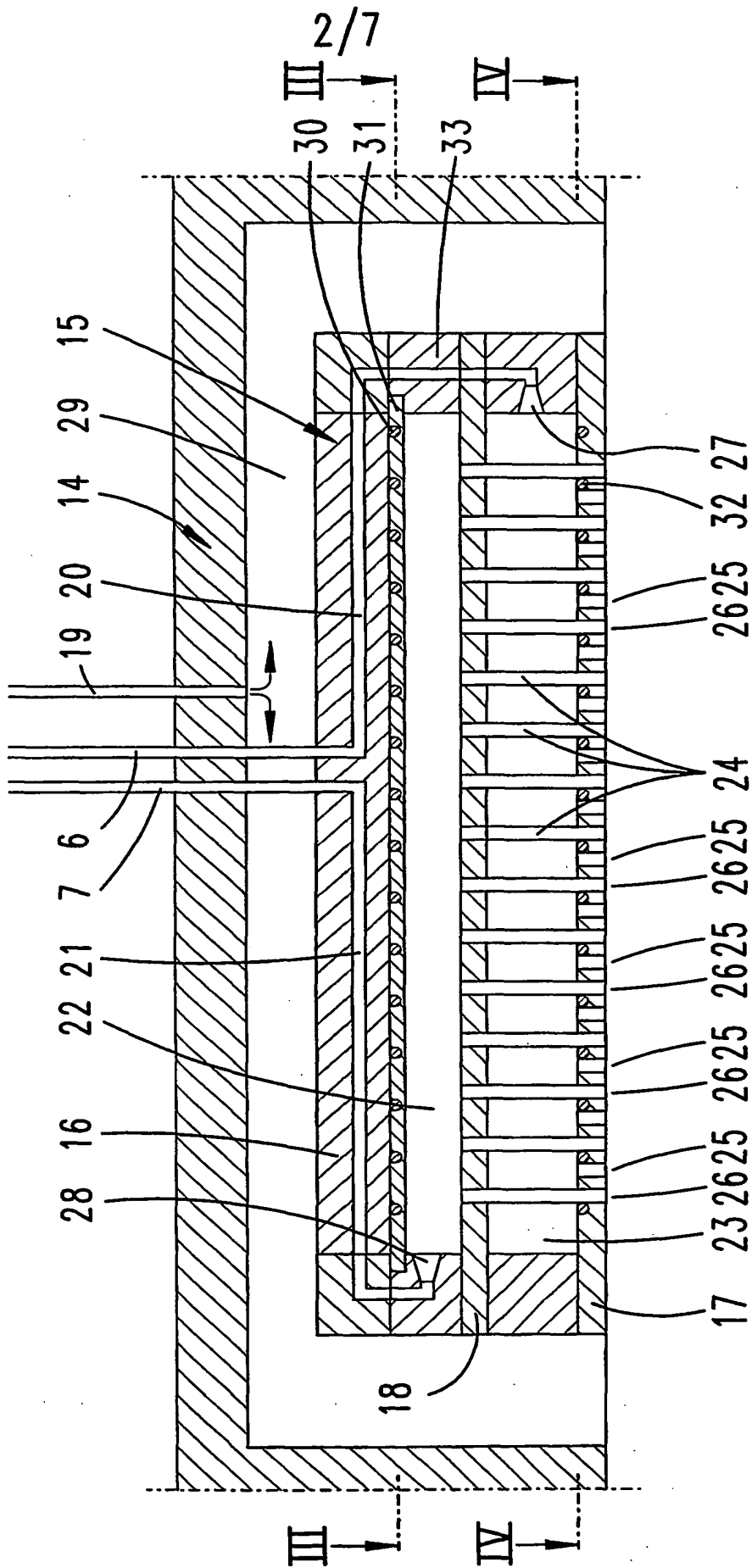
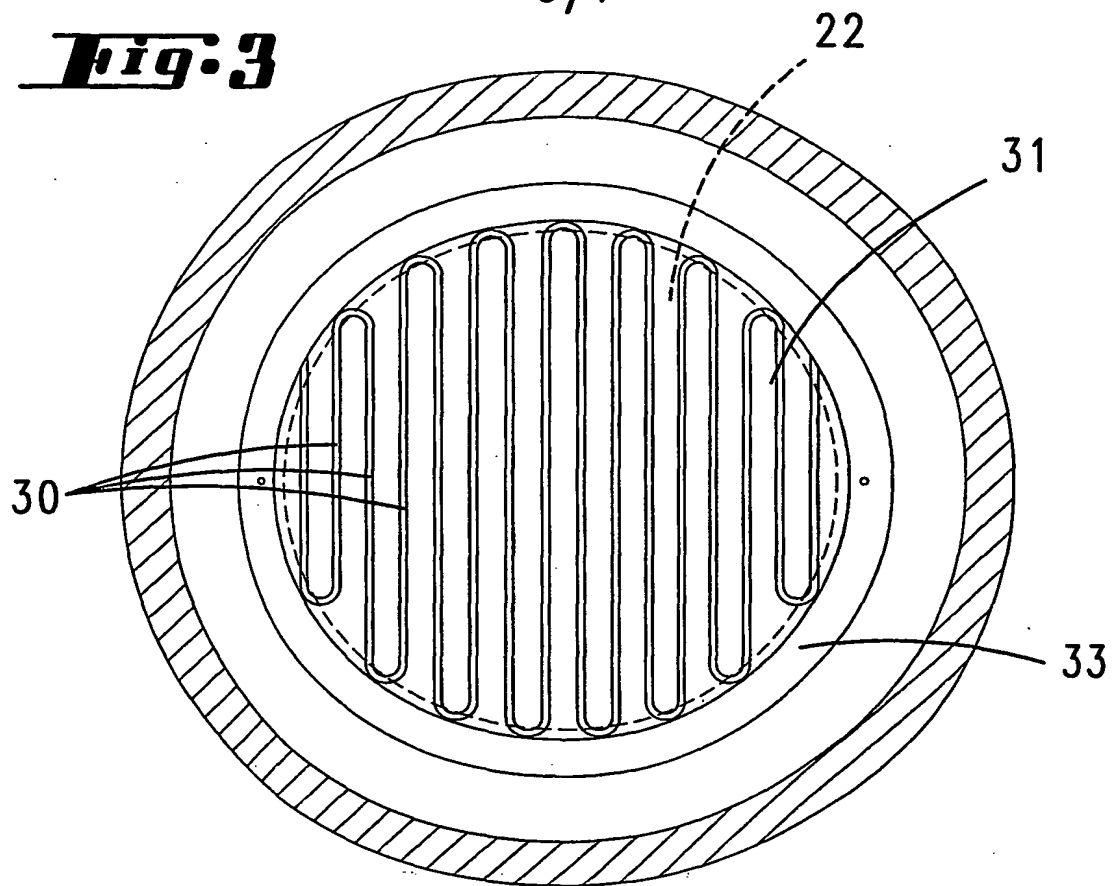
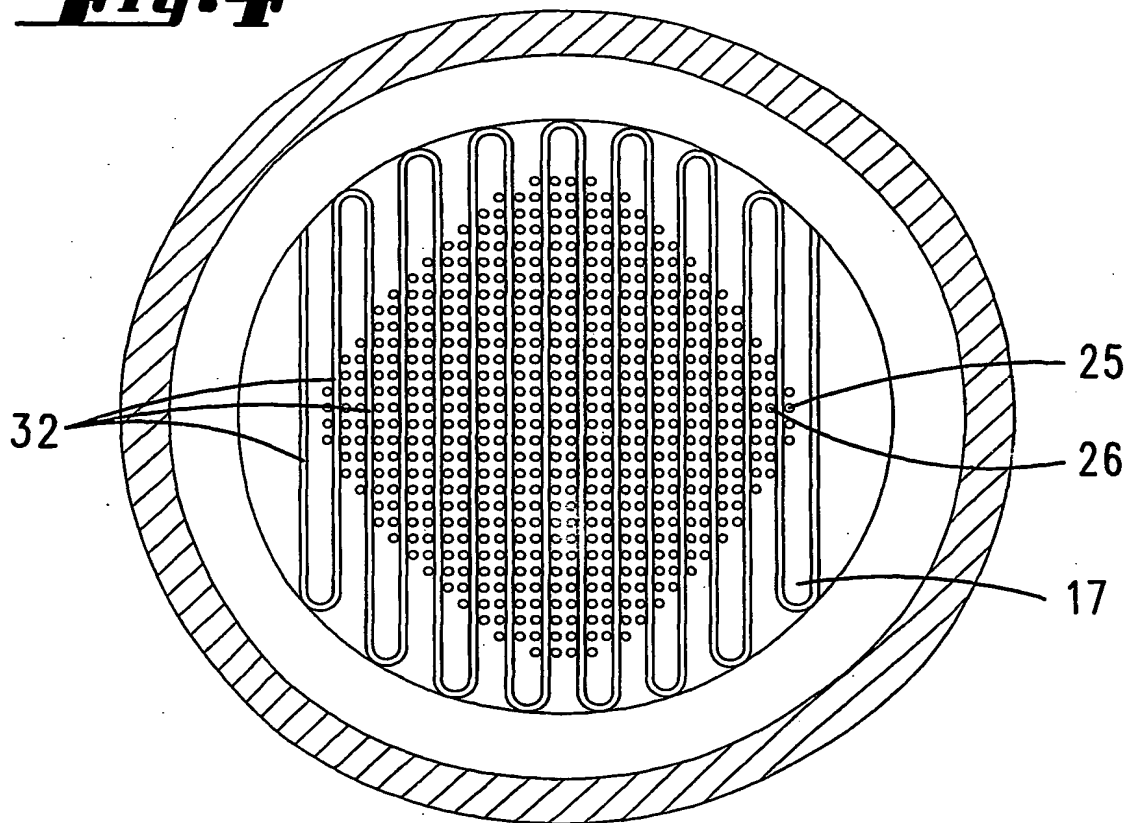
Fig. 1

Fig. 2

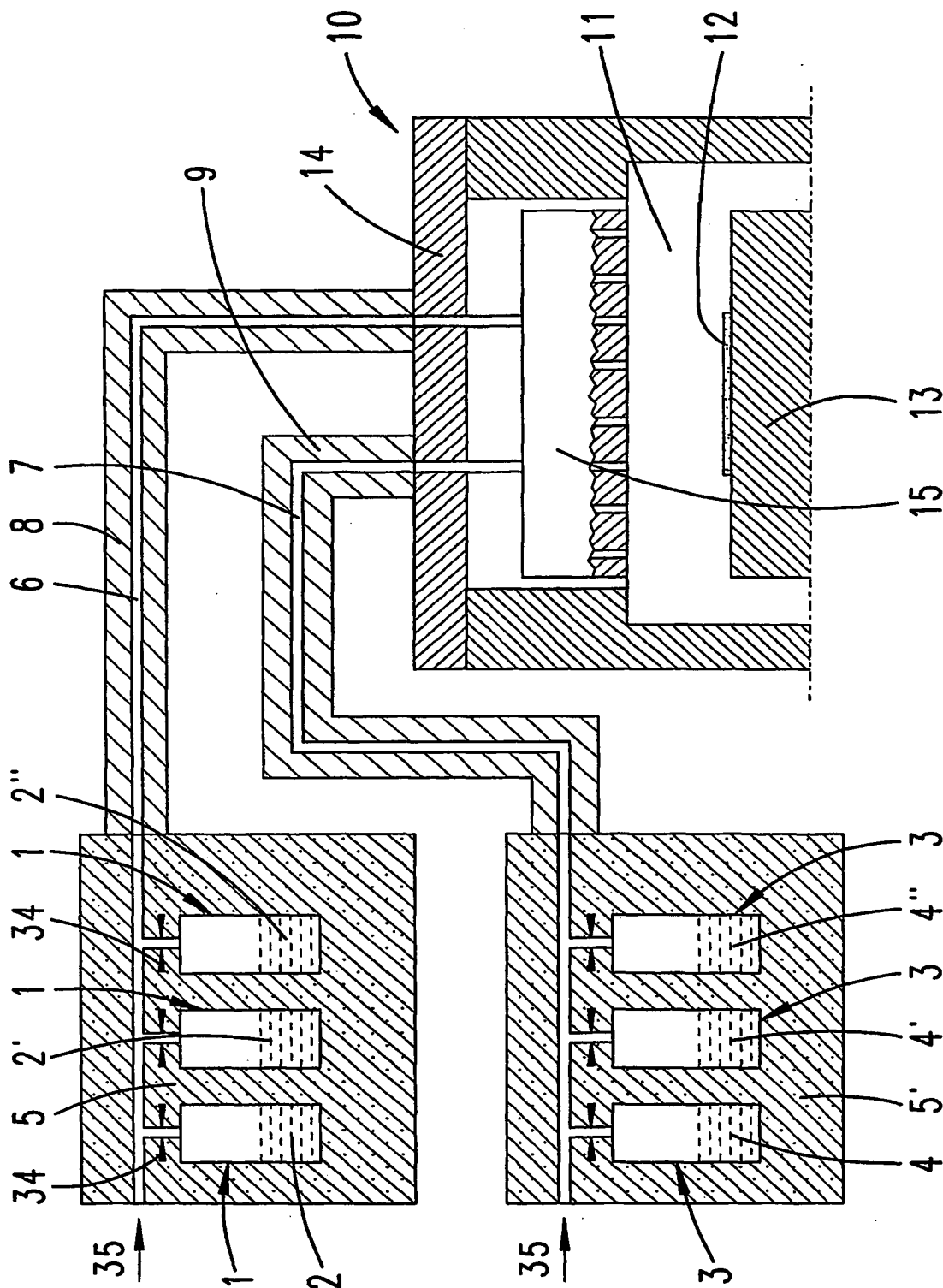


3/7

Fig. 3**Fig. 4**

4/7

Fig. 5



5/7

Fig. 6

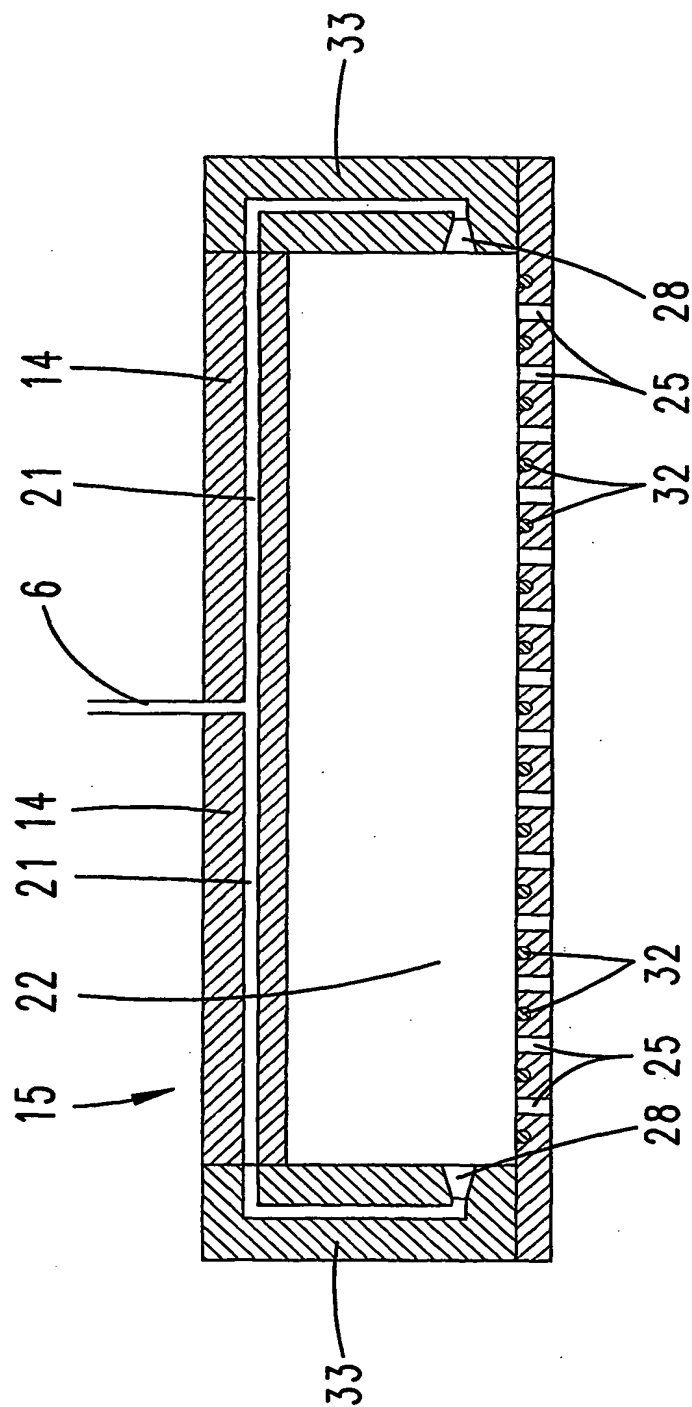
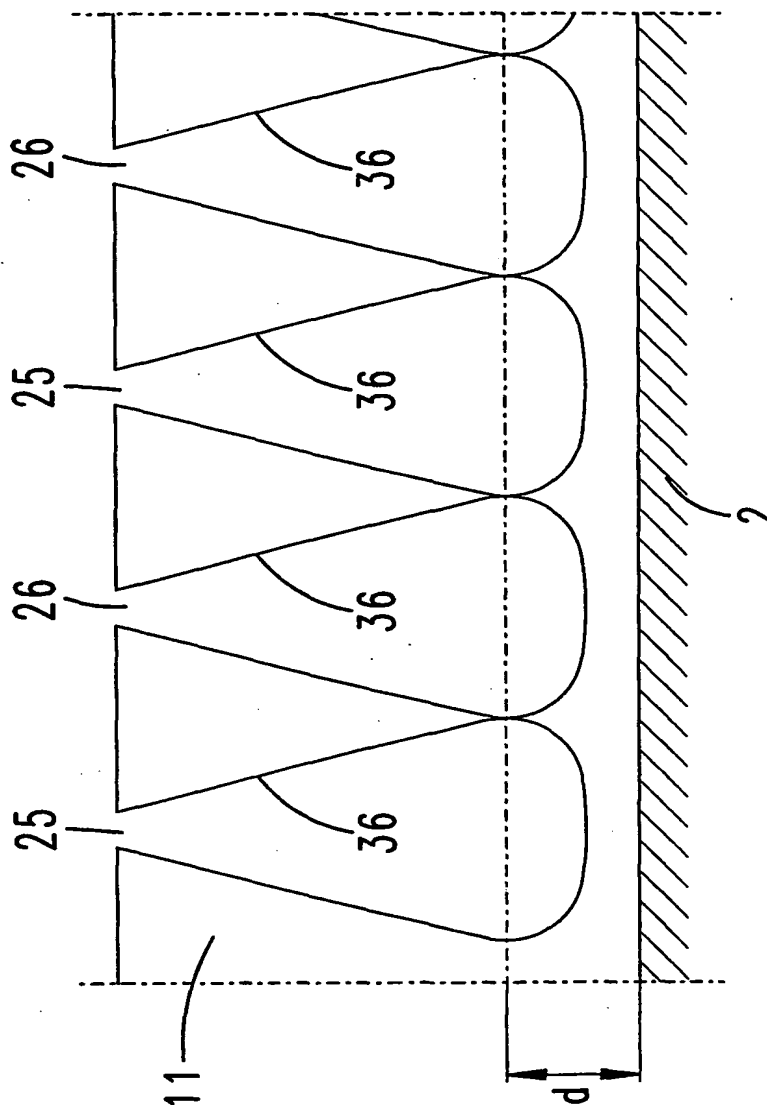
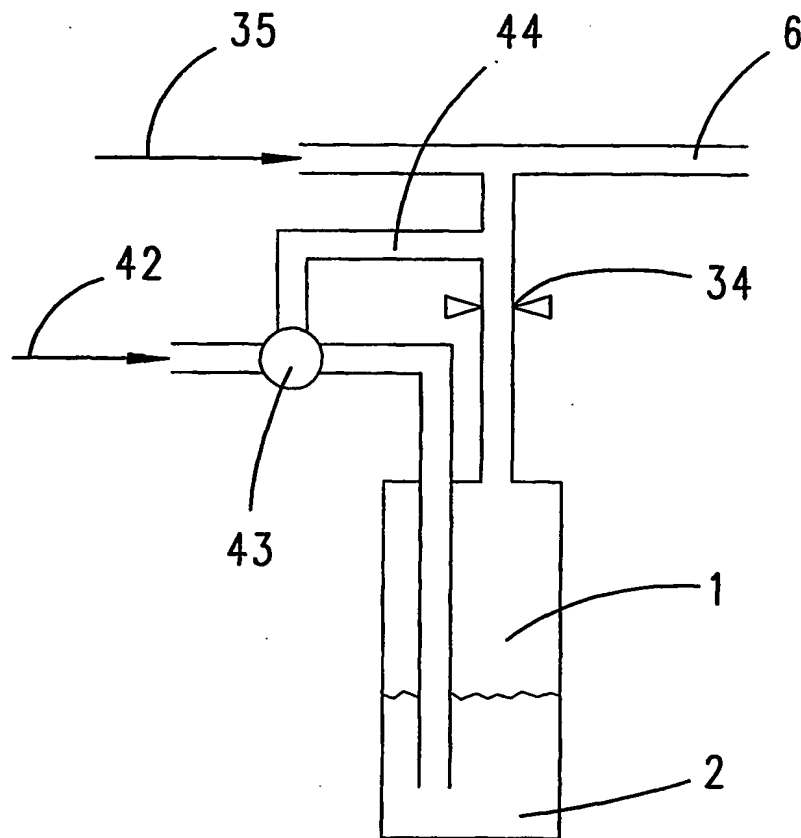


Fig. 7



7/7

**Fig. 8**

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
23. August 2001 (23.08.2001)

PCT

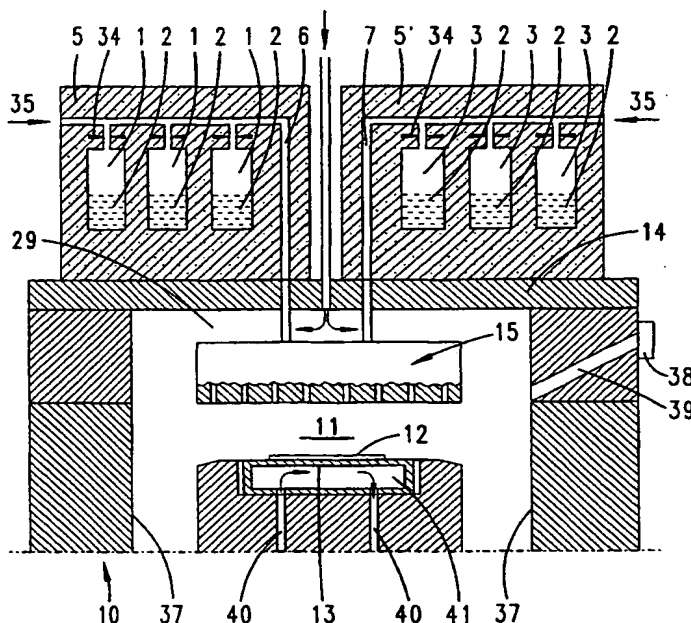
(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/61071 A3

- (51) Internationale Patentklassifikation⁷: C23C 16/448, 16/46, 16/52 (72) Erfinder; und
(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): JÜRGENSEN, Holger [DE/DE]; Rathausstrasse 43d, 52072 Aachen (DE). KÄPPELER, Johannes [DE/DE]; Zeisigweg 47, 52146 Würselen (DE). STRAUCH, Gert [DE/DE]; Schönauer Friede 80, 52072 Aachen (DE). SCHMITZ, Dietmar [DE/DE]; Lonweg 41, 52072 Aachen (DE).
- (21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/01698
- (22) Internationales Anmeldedatum: 15. Februar 2001 (15.02.2001)
- (25) Einreichungssprache: Deutsch (74) Anwälte: GRUNDMANN, Dirk usw.; Rieder & Partner, Corneliusstrasse 45, 42329 Wuppertal (DE).
- (26) Veröffentlichungssprache: Deutsch
- (30) Angaben zur Priorität: 100 07 059.0 16. Februar 2000 (16.02.2000) DE (81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL, TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.
- (71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme von US): AIXTRON AG [DE/DE]; Kackertstrasse 15-17, 52072 Aachen (DE).

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: CONDENSATION COATING METHOD

(54) Bezeichnung: KONDENSATIONSBESCHICHTUNGSVERFAHREN



(57) Abstract: A method and device for the production of coated substrates, such as OLEDs is disclosed, whereby at least one layer is deposited on the at least one substrate, by means of a condensation method and a solid and/or fluid precursor and, in particular, at least one sublimate source is used for at least one part of the reaction gases. The invention is characterised in that, by means of a temperature control of the reaction gases between precursor source(s) and substrate, a condensation of the reaction gases before the substrate(s) is avoided.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 01/61071 A3



(84) **Bestimmungsstaaten (regional):** ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

(88) **Veröffentlichungsdatum des internationalen Recherchenberichts:**

20. Juni 2002

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

Veröffentlicht:

— mit internationalem Recherchenbericht

(57) **Zusammenfassung:** Beschrieben wird ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von beschichteten Substraten, wie bspw. von "OLED's", bei dem wenigstens eine Schicht mittels eines Kondensationsverfahrens auf das wenigstens eine Substrat aufgebracht wird, und bei dem für wenigstens einen Teil der Reaktionsgase feste und/oder flüssige Vorläufer und insbesondere wenigstens eine Sublimationsquelle verwendet werden. Die Erfindung zeichnet sich durch eine Temperatursteuerung der Reaktionsgase zwischen Vorläufer-Quelle(n) und Substrat aus, durch die eine Kondensation der Reaktionsgase vor dem oder den Substraten vermieden wird.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/01698

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

IPC 7 C23C16/448 C23C16/46 C23C16/52

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

IPC 7 C23C

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practical, search terms used)

EPO-Internal

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 186 410 A (TOEWS TIMOTHY R) 16 February 1993 (1993-02-16) column 3, line 13 -column 4, line 65; figure 1	1-7
X	US 5 381 605 A (KRAFFT TERRY) 17 January 1995 (1995-01-17) column 3, line 3 -column 4, line 56	1-7
A	US 5 496 410 A (FUKUDA TAKUYA ET AL) 5 March 1996 (1996-03-05) column 1, line 9-16 column 4, line 51 -column 5, line 7	1-7
A	column 6, line 39 -column 7, line 22; figures 4-6	8-27

	-/--	

☒ Further documents are listed in the continuation of box C.

☒ Patent family members are listed in annex.

* Special categories of cited documents:

- "A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance
- "E" earlier document but published on or after the international filing date
- "L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)
- "O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means
- "P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

- "T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention
- "X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone
- "Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art
- "3" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

27 November 2001

Date of mailing of the international search report

07 Dec 2001

Name and mailing address of the ISA

European Patent Office, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040. Tx. 31 651 epo nl.
Fax: (+31-70) 340-3016

Authorized officer

Joffreau, P-0

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International Application No

PCT/EP 01/01698

C. (Continuation) DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category *	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
X	US 5 776 254 A (OKUDAIRA TOMONORI ET AL) 7 July 1998 (1998-07-07) column 2, line 22-65; figure 12 column 18, line 43 -column 20, line 29; figures 7-10 ---	8-27
X	US 5 882 410 A (HORIKAWA TSUYOSHI ET AL) 16 March 1999 (1999-03-16) column 2, line 31-65; figure 1 ---	8-27
X	US 5 989 635 A (HORIKAWA TSUYOSHI ET AL) 23 November 1999 (1999-11-23) column 2, line 31-65; figure 1 ---	8-27
A	EP 0 635 460 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES) 25 January 1995 (1995-01-25) page 5, line 32 -page 6, line 12 page 6, line 2,3,45-52 figures 1,3 ---	8-27
A	EP 0 548 944 A (CANON KK) 30 June 1993 (1993-06-30) column 9, line 15 -column 11, line 27; figure 5 -----	8-27

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/EP01/01698

Box I Observations where certain claims were found unsearchable (Continuation of item 1 of first sheet)

This international search report has not been established in respect of certain claims under Article 17(2)(a) for the following reasons:

1. ☐ Claims Nos.:
because they relate to subject matter not required to be searched by this Authority, namely:
2. ☐ Claims Nos.:
because they relate to parts of the international application that do not comply with the prescribed requirements to such an extent that no meaningful international search can be carried out, specifically:
3. ☐ Claims Nos.:
because they are dependent claims and are not drafted in accordance with the second and third sentences of Rule 6.4(a).

Box II Observations where unity of invention is lacking (Continuation of item 2 of first sheet)

This International Searching Authority found multiple inventions in this international application, as follows:

See supplemental sheet

1. ☒ As all required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers all searchable claims.
2. ☐ As all searchable claims could be searched without effort justifying an additional fee, this Authority did not invite payment of any additional fee.
3. ☐ As only some of the required additional search fees were timely paid by the applicant, this international search report covers only those claims for which fees were paid, specifically claims Nos.:
4. ☐ No required additional search fees were timely paid by the applicant. Consequently, this international search report is restricted to the invention first mentioned in the claims: it is covered by claims Nos.:

Remark on Protest☐

The additional search fees were accompanied by the applicant's protest.

☒

No protest accompanied the payment of additional search fees.

Form PCT/ISA/210 (continuation of first sheet (1)) (July 1992)

ADDITIONAL MATTER PCT/ISA/210

The international search authority has established that this international application contains multiple inventions, as follows:

1. Claims: 1-7

A condensation method for coating substrates, in which at least one sublimation source is used and where the concentration and/or temperature of the reaction gases between said source and the substrate is controlled such that a condensation of the reaction gases is avoided.

2. Claims: 8-27

Device for condensation coating with a reaction chamber, at least one susceptor and a gas introduction system with at least one source for the starting material, whereby the susceptor, reactor walls and the gas inlet device may be separately thermostatically controlled.

INTERNATIONAL SEARCH REPORT

Information on patent family members

International Application No

PCT/EP 01/01698

Patent document cited in search report		Publication date	Patent family member(s)	Publication date
US 5186410	A	16-02-1993	NONE	
US 5381605	A	17-01-1995	AU 6024494 A WO 9416275 A1	15-08-1994 21-07-1994
US 5496410	A	05-03-1996	JP 2987663 B2 JP 5255856 A	06-12-1999 05-10-1993
US 5776254	A	07-07-1998	JP 8176826 A JP 8186103 A KR 203000 B1 US 6033732 A US 6096133 A	09-07-1996 16-07-1996 15-06-1999 07-03-2000 01-08-2000
US 5882410	A	16-03-1999	US 6165556 A US 6101085 A US 5989635 A	26-12-2000 08-08-2000 23-11-1999
US 5989635	A	23-11-1999	JP 9219497 A US 6165556 A KR 272390 B1 US 5834060 A US 6101085 A US 5882410 A	19-08-1997 26-12-2000 01-12-2000 10-11-1998 08-08-2000 16-03-1999
EP 0635460	A	25-01-1995	JP 7081965 A AU 675543 B2 AU 6758094 A CA 2128188 A1 DE 69414044 D1 DE 69414044 T2 EP 0635460 A2 KR 204453 B1	28-03-1995 06-02-1997 02-02-1995 23-01-1995 26-11-1998 15-04-1999 25-01-1995 15-06-1999
EP 0548944	A	30-06-1993	JP 6184753 A JP 3155845 B2 JP 6188201 A JP 6188202 A DE 69229714 D1 DE 69229714 T2 EP 0548944 A1 JP 5239653 A US 5580822 A US 6004885 A US 5447568 A	05-07-1994 16-04-2001 08-07-1994 08-07-1994 09-09-1999 27-04-2000 30-06-1993 17-09-1993 03-12-1996 21-12-1999 05-09-1995

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/01698

A. KLASIFIZIERUNG DES ANMELDUNGSGEGENSTANDES

IPK 7 C23C16/448 C23C16/46 C23C16/52

Nach der Internationalen Patentklassifikation (IPK) oder nach der nationalen Klassifikation und der IPK

B. RECHERCHIERTE GEBIETE

Recherchierter Mindestprüfstoff (Klassifikationssystem und Klassifikationssymbole)

IPK 7 C23C

Recherchierte aber nicht zum Mindestprüfstoff gehörende Veröffentlichungen, soweit diese unter die recherchierten Gebiete fallen

Während der internationalen Recherche konsultierte elektronische Datenbank (Name der Datenbank und evtl. verwendete Suchbegriffe)

EPO-Internal

C. ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 5 186 410 A (TOEWS TIMOTHY R) 16. Februar 1993 (1993-02-16) Spalte 3, Zeile 13 - Spalte 4, Zeile 65; Abbildung 1	1-7
X	US 5 381 605 A (KRAFFT TERRY) 17. Januar 1995 (1995-01-17) Spalte 3, Zeile 3 - Spalte 4, Zeile 56	1-7
A	US 5 496 410 A (FUKUDA TAKUYA ET AL) 5. März 1996 (1996-03-05) Spalte 1, Zeile 9-16 Spalte 4, Zeile 51 - Spalte 5, Zeile 7	1-7
A	Spalte 6, Zeile 39 - Spalte 7, Zeile 22; Abbildungen 4-6	8-27

-/--

☒ Weitere Veröffentlichungen sind der Fortsetzung von Feld C zu entnehmen

☒ Siehe Anhang Patentfamilie

* Besondere Kategorien von angegebenen Veröffentlichungen

A Veröffentlichung, die den allgemeinen Stand der Technik definiert, aber nicht als besonders bedeutsam anzusehen ist

E älteres Dokument, das jedoch erst am oder nach dem internationalen Anmeldedatum veröffentlicht worden ist

L Veröffentlichung, die geeignet ist, einen Prioritätsanspruch zweifelhaft erscheinen zu lassen, oder durch die das Veröffentlichungsdatum einer anderen im Recherchenbericht genannten Veröffentlichung belegt werden soll oder die aus einem anderen besonderen Grund angegeben ist (wie ausgedrückt)

O Veröffentlichung, die sich auf eine mündliche Offenbarung, eine Benutzung, eine Ausstellung oder andere Maßnahmen bezieht

P Veröffentlichung, die vor dem internationalen Anmeldedatum, aber nach dem beanspruchten Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist

T Spätere Veröffentlichung, die nach dem internationalen Anmeldedatum oder dem Prioritätsdatum veröffentlicht worden ist und mit der Anmeldung nicht kollidiert, sondern nur zum Verständnis des der Erfindung zugrundeliegenden Prinzips oder der ihr zugrundeliegenden Theorie angegeben ist

X Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: die beanspruchte Erfindung kann allein aufgrund dieser Veröffentlichung nicht als neu oder auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden

Y Veröffentlichung von besonderer Bedeutung: die beanspruchte Erfindung kann nicht als auf erfinderscher Tätigkeit beruhend betrachtet werden, wenn die Veröffentlichung mit einer oder mehreren anderen Veröffentlichungen dieser Kategorie in Verbindung gebracht wird und diese Verbindung für einen Fachmann naheliegend ist

Z Veröffentlichung, die Mitglied derselben Patentfamilie ist

Datum des Abschlusses der internationalen Recherche

27. November 2001

Absendedatum des internationalen Recherchenberichts

07 Dec 2001

Name und Postanschrift der Internationalen Recherchenbehörde
Europäisches Patentamt, P.B. 5818 Patentlaan 2
NL - 2280 HV Rijswijk
Tel. (+31-70) 340-2040, Tx. 31 651 epo nl
Fax (+31-70) 340-3016

Bevollmächtigter Bediensteter

Joffreau, P-0

C.(Fortsetzung) ALS WESENTLICH ANGESEHENE UNTERLAGEN

Kategorie*	Bezeichnung der Veröffentlichung, soweit erforderlich unter Angabe der in Betracht kommenden Teile	Betr. Anspruch Nr.
X	US 5 776 254 A (OKUDAIRA TOMONORI ET AL) 7. Juli 1998 (1998-07-07) Spalte 2, Zeile 22-65; Abbildung 12 Spalte 18, Zeile 43 -Spalte 20, Zeile 29; Abbildungen 7-10 ---	8-27
X	US 5 882 410 A (HORIKAWA TSUYOSHI ET AL) 16. März 1999 (1999-03-16) Spalte 2, Zeile 31-65; Abbildung 1 ---	8-27
X	US 5 989 635 A (HORIKAWA TSUYOSHI ET AL) 23. November 1999 (1999-11-23) Spalte 2, Zeile 31-65; Abbildung 1 ---	8-27
A	EP 0 635 460 A (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES) 25. Januar 1995 (1995-01-25) Seite 5, Zeile 32 -Seite 6, Zeile 12 Seite 6, Zeile 2,3,45-52 Abbildungen 1,3 ---	8-27
A	EP 0 548 944 A (CANON KK) 30. Juni 1993 (1993-06-30) Spalte 9, Zeile 15 -Spalte 11, Zeile 27; Abbildung 5 -----	8-27

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

internationales Aktenzeichen
PCT/EP 01/01698

Feld I Bemerkungen zu den Ansprüchen, die sich als nicht recherchierbar erwiesen haben (Fortsetzung von Punkt 2 auf Blatt 1)

Gemäß Artikel 17(2)a) wurde aus folgenden Gründen für bestimmte Ansprüche kein Recherchenbericht erstellt:

1. ☐ Ansprüche Nr. _____
weil sie sich auf Gegenstände beziehen, zu deren Recherche die Behörde nicht verpflichtet ist, nämlich _____
2. ☐ Ansprüche Nr. _____
weil sie sich auf Teile der internationalen Anmeldung beziehen, die den vorgeschriebenen Anforderungen so wenig entsprechen, daß eine sinnvolle internationale Recherche nicht durchgeführt werden kann, nämlich _____
3. ☐ Ansprüche Nr. _____
weil es sich dabei um abhängige Ansprüche handelt, die nicht entsprechend Satz 2 und 3 der Regel 6.4 a) abgefaßt sind.

Feld II Bemerkungen bei mangelnder Einheitlichkeit der Erfindung (Fortsetzung von Punkt 3 auf Blatt 1)

Die internationale Recherchenbehörde hat festgestellt, daß diese internationale Anmeldung mehrere Erfindungen enthält:

siehe Zusatzblatt

1. ☒ Da der Anmelder alle erforderlichen zusätzlichen Recherchegebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht auf alle recherchierbaren Ansprüche.
2. ☐ Da für alle recherchierbaren Ansprüche die Recherche ohne einen Arbeitsaufwand durchgeführt werden konnte, der eine zusätzliche Recherchegebühr gerechtfertigt hätte, hat die Behörde nicht zur Zahlung einer solchen Gebühr aufgefordert.
3. ☐ Da der Anmelder nur einige der erforderlichen zusätzlichen Recherchegebühren rechtzeitig entrichtet hat, erstreckt sich dieser internationale Recherchenbericht nur auf die Ansprüche, für die Gebühren entrichtet worden sind, nämlich auf die Ansprüche Nr. _____
4. ☐ Der Anmelder hat die erforderlichen zusätzlichen Recherchegebühren nicht rechtzeitig entrichtet. Der internationale Recherchenbericht beschränkt sich daher auf die in den Ansprüchen zuerst erwähnte Erfindung; diese ist in folgenden Ansprüchen erfaßt: _____

Bemerkungen hinsichtlich eines Widerspruchs

- ☐ Die zusätzlichen Gebühren wurden vom Anmelder unter Widerspruch gezahlt.
- ☒ Die Zahlung zusätzlicher Recherchegebühren erfolgte ohne Widerspruch.

WEITERE ANGABEN

PCT/ISA/ 210

Die internationale Recherchenbehörde hat festgestellt, daß diese internationale Anmeldung mehrere (Gruppen von) Erfindungen enthält, nämlich:

1. Ansprüche: 1-7

Kondensationsverfahren zum Beschichten von Substraten bei dem wenigstens eine Sublimationsquelle verwendet wird und die Konzentration und/oder Temperatur der Reaktionsgase zwischen dieser Quelle und dem Substrat gesteuert wird, um eine Kondensation der Reaktionsgase vor dem Substrat zu vermeiden.

2. Ansprüche: 8-27

Vorrichtung zur Kondensationsbeschichtung mit einer Reaktionskammer, wenigstens einem Suszeptor und einem Gaszuführungssystem mit wenigstens einer Quelle für die Ausgangsstoffe wobei der Suszeptor, die Reaktorwände und die Gaseinlasseinheit separat thermostatisierbar sind.

INTERNATIONALER RECHERCHENBERICHT

Angaben zu Veröffentlichungen, die zur selben Patentfamilie gehören

In: Internationales Aktenzeichen

PCT/EP 01/01698

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 5186410	A	16-02-1993	KEINE
US 5381605	A	17-01-1995	AU 6024494 A 15-08-1994 WO 9416275 A1 21-07-1994
US 5496410	A	05-03-1996	JP 2987663 B2 06-12-1999 JP 5255856 A 05-10-1993
US 5776254	A	07-07-1998	JP 8176826 A 09-07-1996 JP 8186103 A 16-07-1996 KR 203000 B1 15-06-1999 US 6033732 A 07-03-2000 US 6096133 A 01-08-2000
US 5882410	A	16-03-1999	US 6165556 A 26-12-2000 US 6101085 A 08-08-2000 US 5989635 A 23-11-1999
US 5989635	A	23-11-1999	JP 9219497 A 19-08-1997 US 6165556 A 26-12-2000 KR 272390 B1 01-12-2000 US 5834060 A 10-11-1998 US 6101085 A 08-08-2000 US 5882410 A 16-03-1999
EP 0635460	A	25-01-1995	JP 7081965 A 28-03-1995 AU 675543 B2 06-02-1997 AU 6758094 A 02-02-1995 CA 2128188 A1 23-01-1995 DE 69414044 D1 26-11-1998 DE 69414044 T2 15-04-1999 EP 0635460 A2 25-01-1995 KR 204453 B1 15-06-1999
EP 0548944	A	30-06-1993	JP 6184753 A 05-07-1994 JP 3155845 B2 16-04-2001 JP 6188201 A 08-07-1994 JP 6188202 A 08-07-1994 DE 69229714 D1 09-09-1999 DE 69229714 T2 27-04-2000 EP 0548944 A1 30-06-1993 JP 5239653 A 17-09-1993 US 5580822 A 03-12-1996 US 6004885 A 21-12-1999 US 5447568 A 05-09-1995

(12) NACH DEM VERTRAG ÜBER DIE INTERNATIONALE ZUSAMMENARBEIT AUF DEM GEBIET DES
PATENTWESENS (PCT) VERÖFFENTLICHTE INTERNATIONALE ANMELDUNG

(19) Weltorganisation für geistiges Eigentum
Internationales Büro



(43) Internationales Veröffentlichungsdatum
23. August 2001 (23.08.2001)

PCT

(10) Internationale Veröffentlichungsnummer
WO 01/061071 A3

(51) Internationale Patentklassifikation⁷: C23C 16/448,
16/46, 16/52

(21) Internationales Aktenzeichen: PCT/EP01/01698

(22) Internationales Anmeldedatum:
15. Februar 2001 (15.02.2001)

(25) Einreichungssprache: Deutsch

(26) Veröffentlichungssprache: Deutsch

(30) Angaben zur Priorität:
100 07 059.0 16. Februar 2000 (16.02.2000) DE

(71) Anmelder (für alle Bestimmungsstaaten mit Ausnahme
von US): AIXTRON AG [DE/DE]; Kackerstrasse 15-17,
52072 Aachen (DE).

(72) Erfinder; und

(75) Erfinder/Anmelder (nur für US): JÜRGENSEN, Holger
[DE/DE]; Rathausstrasse 43d, 52072 Aachen (DE). KÄP-
PELER, Johannes [DE/DE]; Zeisigweg 47, 52146 Würse-
len (DE). STRAUCH, Gert [DE/DE]; Schönauer Friede
80, 52072 Aachen (DE). SCHMITZ, Dietmar [DE/DE];
Lonweg 41, 52072 Aachen (DE).

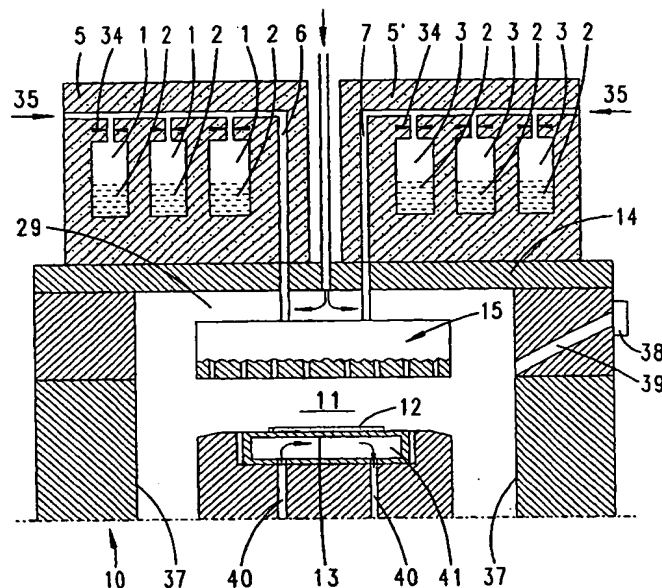
(74) Anwälte: GRUNDMANN, Dirk usw.; Rieder & Partner,
Corneliusstrasse 45, 42329 Wuppertal (DE).

(81) Bestimmungsstaaten (national): AE, AG, AL, AM, AT,
AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CR, CU,
CZ, DE, DK, DM, DZ, EE, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM,
HR, HU, ID, IL, IN, IS, JP, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK,
LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX,
MZ, NO, NZ, PL, PT, RO, RU, SD, SE, SG, SI, SK, SL,
TJ, TM, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VN, YU, ZA, ZW.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

(54) Title: CONDENSATION COATING METHOD

(54) Bezeichnung: KONDENSATIONSBESCHICHTUNGSVERFAHREN



(57) Abstract: A method and device for the production of coated substrates, such as OLEDs is disclosed, whereby at least one layer is deposited on the at least one substrate, by means of a condensation method and a solid and/or fluid precursor and, in particular, at least one sublimate source is used for at least one part of the reaction gases. The invention is characterised in that, by means of a temperature control of the reaction gases between precursor source(s) and substrate, a condensation of the reaction gases before the substrate(s) is avoided.

[Fortsetzung auf der nächsten Seite]

WO 01/061071 A3



(84) **Bestimmungsstaaten** (*regional*): ARIPO-Patent (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZW), eurasisches Patent (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), europäisches Patent (AT, BE, CH, CY, DE, DK, ES, FI, FR, GB, GR, IE, IT, LU, MC, NL, PT, SE, TR), OAPI-Patent (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

Veröffentlicht:

- mit internationalem Recherchenbericht
- mit geänderten Ansprüchen

(88) **Veröffentlichungsdatum des internationalen**

Recherchenberichts:

20. Juni 2002

Veröffentlichungsdatum der geänderten Ansprüche:

14. November 2002

Zur Erklärung der Zweibuchstaben-Codes und der anderen Abkürzungen wird auf die Erklärungen ("Guidance Notes on Codes and Abbreviations") am Anfang jeder regulären Ausgabe der PCT-Gazette verwiesen.

(57) **Zusammenfassung:** Beschrieben wird ein Verfahren und eine Vorrichtung zur Herstellung von beschichteten Substraten, wie bspw. von "OLED's", bei dem wenigstens eine Schicht mittels eines Kondensationsverfahrens auf das wenigstens eine Substrat aufgebracht wird, und bei dem für wenigstens einen Teil der Reaktionsgase feste und/oder flüssige Vorläufer und insbesondere wenigstens eine Sublimationsquelle verwendet werden. Die Erfindung zeichnet sich durch eine Temperaturregelung der Reaktionsgase zwischen Vorläufer-Quelle(n) und Substrat aus, durch die eine Kondensation der Reaktionsgase vor dem oder den Substraten vermieden wird.

GEÄNDERTE ANSPRÜCHE

[beim Internationalen Büro am 31. Januar 2002 (31.01.02) eingegangen;
ursprüngliche Ansprüche 1-27 geändert (6 Seiten)]

1. Verfahren zum Beschichten von Substraten, bei dem in einer Reaktionskammer mittels eines Kondensationsverfahrens durch Einleiten von Reaktionsgasen durch eine Gaseinlaßeinheit (15) in die Reaktionskammer auf das wenigstens eine von einem Suszeptor getragenen Substrat eine Schicht aufgebracht wird, und bei dem für wenigstens einen Teil der Reaktionsgase feste und/oder flüssige Ausgangsstoffe verwendet werden, mit einer Konzentrations- und Temperatursteuering der Reaktionsgase zwischen der Quelle und dem Substrat zur Vermeidung einer Kondensation der Reaktionsgase vor dem oder den Substrat(en), dadurch gekennzeichnet, dass die von einem Tank (1, 3) gebildete Quelle, insbesondere Sublimationsquelle, die Reaktionskammerwände (37) und die Gaseinlaßeinheit (15) auf jeweils höheren Temperaturen als das oder die Substrat(e) gehalten werden und die Ausgangsstoffe auf dem oder den Substrat(en) kondensieren.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass eine Gaseinlaßeinheit (15) mit einer Einlassgeometrie verwendet wird, die für eine Trennung der Gase zur Unterdrückung einer parasitären Gasphasenreaktion sorgt.
3. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Quellen (1, 3) auf unterschiedlichen Temperaturen gehalten werden.
4. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, gekennzeichnet durch die Verwendung mehrerer Injektionsanordnungen (25, 26).

5. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass zur Minimierung der parasitären Deposition und damit der Verluste aus der Gasphase die einzelnen Reaktionsgase ohne Strömungsüberlappung injiziert werden.

5

6. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Austrittsgeschwindigkeit der Gase aus den einzelnen Injektionsdüsen sowie Injektionsbereichen so gewählt sind, dass lokale Bernoulli-Effekte vermieden werden.

10

7. Verfahren nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Druck in dem oder den Tanks (1, 3) der Ausgangsstoffe jeweils mittels Inertgasspülung (35) und Regelventil (34) unabhängig vom Druck in der Reaktorkammer (11) geregelt wird.

15

8. Vorrichtung zur Beschichtung eines Substrats mit einer Schicht mit

- einer Reaktionskammer (11)
- wenigstens einem Suszeptor (13) und
- einem Gaszuführungssystem (5, 5') mit wenigstens einer Quelle für die

20 Ausgangsstoffe und einer Gaseinlaßeinheit (15), wobei der oder die Suszeptor(en) (13) und die Reaktionskammerwände (37) separat thermostatisierbar sind, dadurch gekennzeichnet, dass die Quellen von die festen oder flüssigen Ausgangsstoffe bevorratenden Tanks (1, 3) gebildet sind und die Reaktionskammerwände (37), die Gaseinlaßeinheit (15) und die Tanks

25 (1, 3) auf jeweils höhere Temperaturen als ein Substrat (12) auf dem Suszeptor (13) regelbar sind, so dass die aus der Gaseinlaßeinheit (15) austretenden Gase auf dem Substrat kondensieren.

GEÄNDERTES BLATT (ARTIKEL 19)

9. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Quellen (1, 3) getrennt thermostatisierbar sind, so dass ein positiver Temperaturgradient zu allen Kammer- und Einlassoberflächen einstellbar ist, und dass über Druck und Temperatur die
- 5 Transportmenge der gasförmigen Ausgangsstoffe kontrollierbar ist.
10. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Thermostatisierung eines oder aller Reservoirs (1, 3) mittels einer Flüssigkeit oder elektrisch aktiven Komponenten
- 10 ausgeführt ist.
11. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Heizung derart ausgelegt ist, dass eine Reinigung eines Reservoirs durch gegenüber Prozesstemperatur erhöhte
- 15 Temperatur möglich ist.
12. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Gaseinlasseinheit (15) als Ein- oder Mehrkammer-Showerhead mit einem oder mehreren separaten Pleni (Volumen
- 20 22, 23) ausgebildet ist.
13. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass als Trägergas Ar, H₂, N₂, He einzeln oder gemischt eingesetzt wird.
- 25
14. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass ein gasförmiger Ausgangsstoff je Plenum (22, 23) separat über Düsen (25, 26) in die Reaktorkammer (11) einleitbar ist, so dass

GEÄNDERTES BLATT (ARTIKEL 19)

sich die Quellmaterialien erst nach Austritt aus dem Gaseinlass insbesondere kurz vor dem Substrat (12) vermischen können.

15. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,
5 dadurch gekennzeichnet, dass zwei oder mehr gasförmige Ausgangsstoffe je Plenum (22, 23) separat über Düsen (25, 26) in die Reaktionskammer eingeleitet werden.
16. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,
10 dadurch gekennzeichnet, dass die Düsen (25, 26) je Plenum gegenüber dem Substrat (12) in einem beliebigen Winkel angeordnet sind.
17. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,
15 dadurch gekennzeichnet, dass die Düsen (25, 26) je Plenum (22, 23) gleichen oder unterschiedlichen Durchmessern ausgeführt sind, so dass gleich oder unterschiedlich viskose Massenflüsse der Ausgangsstoffe eine homogene Injektionsverteilung sicherstellen.
18. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,
20 dadurch gekennzeichnet, dass die Düsen (25, 26) je Plenum in gleichem oder unterschiedlichem Abstand zueinander in einer Verteilung so ausgeführt sind, dass sich eine homogene geschlossene Injektionsverteilung ergibt.
19. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,
25 dadurch gekennzeichnet, dass jedes Plenum (22, 23) separat thermostatisierbar ist, so dass stark unterschiedliche sublimierende Ausgangsstoffe eingesetzt werden können.

20. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass die Thermostatisierung eines oder aller Pleni (22, 23) mittels Flüssigkeit oder elektrisch aktiven Komponenten (30, 32) erfolgt, und dass die Kondensation der Ausgangsstoffe in jedem Plenum (22, 23) vermieden wird.

21. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass Sensoren (38) und zugehörige Kanäle (39) in der Reaktorwandung vorgesehen sind, die Bemessung von Eigenschaften der Schichten und/oder auf der Oberfläche der Substrate (12) erlauben.

22. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der oder die Suszeptoren (13) zur Aufnahme von Substraten (12) mit runder, eckiger, flacher, gewölbter Form oder von Folien ausgebildet sind.

23. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass der Suszeptor (13) mittels einer Flüssigkeit in einem Hohlmantel (14) oder elektrisch aktiven Komponenten (Peltier/Widerstandsheizung) thermisch so steuerbar ist, dass zwischen der die Suszeptoroberfläche und allen anderen Wänden (37) sowie der Gasphase einen negativen Temperaturgradienten besteht, so dass die Beschichtung des Substrats über Kondensation kontrollierbar werden kann.

24. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass eine Heizung für den Suszeptor (13) derart ausgelegt ist, dass eine Reinigung des Suszeptors (13) und der Reaktionskammer (11) durch gegenüber der Prozesstemperatur erhöhte Temperatur durchgeführt werden kann.

GEÄNDERTES BLATT (ARTIKEL 19)

25. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche, dadurch gekennzeichnet, dass durch Verdünnung des aus den Tanks (1, 3) austretenden Gas mit einem Trägergas (35) die Konzentration des
- 5 Ausgangsstoffes in der Rohrleitung (6) bzw. der Gaseinlasseinheit (15) derartig herabgesetzt wird, dass die Kondensationstemperatur unterhalb der Quellentemperatur liegt.
26. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,
- 10 dadurch gekennzeichnet, dass das Substrat während des Beschichtungsvorganges maskiert ist, bspw. ,mit einer Schattenmaske versehen ist.
27. Vorrichtung nach einem oder mehreren der vorhergehenden Ansprüche,
- 15 dadurch gekennzeichnet, dass zur Vermeidung abrupter Massenstromveränderung die geregelten Massenflüsse zu den Tanks (1, 3) in eine Bypassleitung (44) umgelenkt werden können.